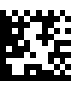


Détecteur ELS C-650

Manuel d'instructions

11593557 fr



Mentions légales

Identification du produit :

Manuel d’utilisation (Original) Détecteur ELS C-650

11593557 fr

Date de publication :
09.2015, Version B

BÜCHI Labortechnik AG
Meierseggstrasse 40
Postfach
CH-9230 Flawil 1

EMail: quality@buchi.com

BUCHI se réserve le droit d’apporter les modifications qui seront jugées nécessaires à la lumière de l’expérience acquise, notamment en termes de structure, d’illustrations et de détails techniques.

Sommaire

1 A propos de ce manuel

Ce manuel est consacré au détecteur C-650 à diffusion de la lumière en appliquant un principe d'évaporation à basse température (Low Temperature Evaporative Light Scattering Detector). Il fournit les informations relatives au fonctionnement ainsi que les consignes de sécurité nécessaires pour pouvoir en profiter pendant longtemps.

Ce manuel s'adresse en particulier au personnel de laboratoire et plus spécialement aux opérateurs.

Veuillez lire attentivement ce manuel d'instructions avant d'installer et d'utiliser votre système et observez rigoureusement les consignes de sécurité de la section 2. Conservez ce manuel à proximité immédiate de l'instrument pour pouvoir le consulter à tout moment.

Toute modification technique apportée à l'instrument est subordonnée à l'autorisation écrite de BUCHI. Toute modification non autorisée peut altérer la sécurité du système et provoquer des accidents. Les caractéristiques techniques peuvent être modifiées sans préavis.

REMARQUE

Les symboles relatifs à la sécurité sont expliqués dans la section 2.

L'anglais est la langue de la version originale de ce manuel d'instructions et sert de base pour la traduction dans d'autres langues. Si vous avez besoin d'une version de ce manuel d'instructions dans une autre langue, vous pouvez télécharger les versions disponibles sur le site www.buchi.com.

1.1 Abréviations

ELSD : Evaporative Light Scattering Detector (détecteur évaporatif à diffusion de lumière)

2 Sécurité

Ce chapitre explique le concept de sécurité de l’instrument, fournit des règles générales sur le comportement à adopter et contient des mises en garde concernant les dangers potentiels liés à l’utilisation du produit.

La sécurité des utilisateurs et du personnel ne peut être garantie que si les consignes et les mises en garde de sécurité décrites dans les différents chapitres de ce manuel sont rigoureusement respectées. Le manuel d’instructions doit donc toujours être tenu à la disposition des personnes effectuant les opérations décrites ci-après.

2.1 Qualification des utilisateurs

L’instrument ne doit être manipulé que par le personnel de laboratoire ou par toute autre personne dont la formation ou l’expérience professionnelle lui permet de bien connaître tous les dangers potentiels liés à son utilisation.

Le personnel n’ayant pas suivi la formation adéquate ou les personnes en cours de formation nécessitent une instruction conséquente, basée sur ce manuel d’instructions.

2.2 Utilisation adéquate

L’instrument a été conçu et construit pour les laboratoires. Le détecteur ELSD C-650 est un instrument autonome. Le C-650 est conçu pour détecter les composés de l’éluant provenant de la chromatographie préparative.

2.3 Utilisation non conforme

Toute application non mentionnée ci-dessus est considérée comme inadéquate. Il en va de même des applications qui ne respectent pas les données techniques.



 **DANGER**

Toute utilisation inadéquate compromet l'efficacité des systèmes de protection des instruments.

- Eviter toute utilisation inadéquate des instruments !

Seul l’opérateur est responsable des dommages causés par une utilisation inadéquate.

Les applications suivantes sont strictement interdites :

- Utilisation de l’instrument dans des locaux nécessitant des instruments antidéflagrants.
- Utilisation sur des échantillons risquant de s’enflammer ou d’exploser (par ex. : explosifs, etc.) sous d’effet d’un choc, de la friction, de la chaleur ou de la formation d’étincelles.

2.4 Avertissements et pictogrammes de sécurité utilisés dans ce manuel

DANGER, AVERTISSEMENT, ATTENTION et REMARQUE sont des mentions standardisées permettant d’identifier les niveaux de sévérité des risques relatifs aux dommages physiques et matériels. Tous les termes de signalisation relatifs aux dommages corporels sont accompagnés du pictogramme de sécurité.

Pour votre propre sécurité, il est important de lire et de bien comprendre le tableau ci-dessous qui répertorie les différents types d’avertissement et leurs définitions!

Picto-gramme	Mention d'avertisse-ment	Définition	Niveau de risque
⚠	**DANGER**	Signale une situation dangereuse qui, si elle n’est pas évitée, entraînera des blessures graves ou la mort.	★★★★
⚠	**AVERTIS-SEMENT**	Signale une situation dangereuse qui, si elle n’est pas évitée, peut entraîner des blessures graves ou la mort.	★★★☆
⚠	**ATTEN-TION**	Signale une situation dangereuse qui, si elle n’est pas évitée, peut entraîner des blessures légères ou moyennement graves.	★★☆☆
non	**RE-MARQUE**	Signale un risque de dommage matériel, mais exclut tout risque de dommage physique relatif à une opération	★☆☆☆ **(uniquement des dommages matériels)**

Des symboles de sécurité supplémentaires peuvent être placés dans un panneau rectangulaire à gauche du mot d’avertissement et du texte additionnel (voir l’exemple ci-dessous).

Emplacement réservé des informations supplémentaires relatives à la sécurité et ses symboles.	⚠ **MENTION D'AVERTISSEMENT** Source de danger. • Liste de mesures à prendre pour éviter la situation ou le danger décrit ici. • ... • ...

Tableau des pictogrammes de sécurité supplémentaires

La liste de référence ci-dessous répertorie tous les pictogrammes de sécurité utilisés dans ce manuel et leur signification.

Picto-gramme	**Signification**
⚠	Avertissement général
⚡	Risque d’électrocution
Kg	Poids lourds, éviter les efforts

Picto- gramme	Signification
	Nocif pour les entités vivantes
	Point de striction. Danger mécanique.
	Risque d'incendie
	Objet brûlant, surface brûlante
	Dommage matériel
	Inhalation de substances
	Brûlures chimiques par produits corrosifs
	Porter une blouse de laboratoire
	Porter des lunettes de protection
	Porter des gants de protection
	Poids lourd, ne pas lever l'instrument tout seul

Informations utilisateurs supplémentaires

Les paragraphes précédés du mot REMARQUE fournissent des informations utiles sur l'utilisation de l'appareil/du logiciel ou de modules complémentaires. Les REMARQUEs ne se rapportent pas à un risque ou dommage (voir l'exemple suivant).

REMARQUE

Conseils utiles destinés à faciliter l'utilisation de l'instrument/du logiciel.

2.5 Sécurité du produit

Le détecteur ELSD et ses composants reflètent le niveau actuel de la technologie. Cependant, des risques pour les utilisateurs, les biens et l'environnement peuvent exister si l'instrument est manipulé sans précaution ou de manière non conforme.

Le fabricant a défini les dangers résiduels émanant de cet instrument

- Si l'instrument est utilisé par des personnes qui ne sont pas suffisamment formées.
- En cas d'utilisation non conforme de l'instrument.

Les avertissements fournis dans ce manuel visent à prévenir l'utilisateur de l'existence de ces dangers résiduels.

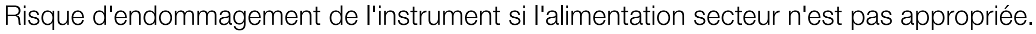
2.5.1 Dangers généraux

Observez les consignes de sécurité suivantes :

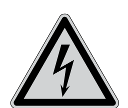
	 **DANGER**
	Danger de mort ou de blessures graves en cas d'utilisation dans des environnements explosifs. • Ne pas stocker ni utiliser l'instrument dans des environnements explosifs. • Vérifier que la ventilation est suffisante et que les fumées sont directement extraites

	 **AVERTISSEMENT**
	Danger de mort ou risque de brûlures graves causées par des vapeurs inflammables, des flammes vives et des étincelles. • Retirer toutes les sources de vapeurs inflammables, de flammes vives et d'étincelles • Ne pas conserver de produits chimiques inflammables à proximité de l'appareil

	REMARQUE
	Risque d'endommagement de l'instrument par des liquides ou des chocs mécaniques. • Ne pas déverser de liquides sur l'instrument ou sur ses composants • Ne pas déplacer l'instrument lorsqu'il est chargé avec un échantillon liquide • Ne pas faire tomber l'instrument ni ses composants • Ne pas exposer l'instrument à des vibrations extérieures • Dans les régions exposées à des séismes, fixer l'instrument sur la paillasse pour assurer un maximum de sécurité • Ne pas ranger ou faire marcher l'instrument sans écran de protection



REMARQUE

Risque d'endommagement de l'instrument si l'alimentation secteur n'est pas appropriée.

- Toute alimentation secteur externe doit correspondre à la tension indiquée sur la plaque signalétique
- Vérifier que la mise à la terre est suffisante

2.5.2 Étiquettes d’avertissement sur le boîtier et les composants

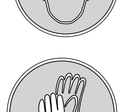
Les étiquettes d’avertissement suivantes se trouvent sur le boîtier ou les composants du détecteur C-650 :

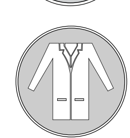
Pictogramme	Signification	Emplacement
	Objet brûlant, surface brûlante	Autocollant / étiquette, sur le bloc thermique

2.5.3 Équipement de protection individuelle

Portez toujours un équipement de protection individuelle comme des lunettes, vêtements et gants de protection. L’équipement de protection individuelle doit satisfaire à toutes les exigences des fiches de données complémentaires pour les produits chimiques utilisés.

 **AVERTISSEMENT**



Brûlures chimiques graves causées par des produits corrosifs.

- Respectez les fiches de données supplémentaires de tous les produits chimiques utilisés.
- Toujours porter des lunettes de protection.
- Toujours porter des gants de protection.
- Toujours porter des vêtements de protection.

2.6 Règles de sécurité générales

2.6.1 Responsabilité de l’opérateur

Le directeur du laboratoire est responsable de la formation du personnel.

L’opérateur devra informer immédiatement le fabricant sur tous les incidents de sécurité susceptibles de se produire pendant le fonctionnement de l’instrument. Les réglementations légales, telles que les lois locales, nationales et fédérales applicables à l’instrument doivent être strictement respectées.

2.6.2 Maintenance et entretien

L’opérateur doit s’assurer que l’instrument n’est utilisé que s’il est en parfait état de marche et que les opérations de maintenance, de service et de réparation sont réalisées avec soin et à temps ainsi que par du personnel autorisé.

2.6.3 Pièces de rechange à utiliser

N’utilisez que des pièces de rechange et des consommables authentiques pour la maintenance afin de garantir la performance et la fiabilité du système. Les pièces de rechange ne peuvent être modifiées que si le fabricant a donné son accord écrit préalable.

2.6.4 Modifications

Toute modification de l’instrument n’est autorisée qu’après consultation et autorisation écrite du constructeur. Seuls les techniciens BUCHI agréés sont autorisés à apporter des modifications et des mises à niveau. Le fabricant décline toute responsabilité pour les dommages causés par des modifications non autorisées.

3 Caractéristiques techniques

Ce chapitre introduit les spécifications de l'instrument au lecteur. Il décrit le contenu de la livraison, les caractéristiques techniques, les exigences et les données de performance.

3.1 Contenu de la livraison

Vérifiez que toutes les pièces indiquées sous le numéro de commande ont été livrées.

REMARQUE

Pour de plus amples informations sur les produits listés, allez sur www.buchi.com ou contactez votre représentant local.

3.1.1 Instrument standard



Tableau 3.1 : Instrument standard

Produit	Numéro de commande
Détecteur ELS C-650 (230 V/50 Hz)	11059105
Détecteur ELS C-650 (115 V/60 Hz)	11059106

3.1.2 Accessoires standard

Tableau 3.2 : Accessoires standard

Produit	Numéro de commande
Câble de signalisation C-650	11059100
Câble de compensation automatique du point zéro C-650	11059165
Câble de connexion externe C-650	11059229
Câble RS232 C-650	11059275
Tube de gaz, 6 mm, 2 m+1 m	11059276
Lot de fusibles (115 V)	11059172
Lot de fusibles (230 V)	11059173

3.1.3 Accessoires optionnels

Tableau 3.3 : Accessoires optionnels

Produit	Numéro de commande
Fractionneur de débit	11059007

3.2 Aperçu des caractéristiques techniques

Tableau 3-4 :
Caractéristiques techniques

Dimensions (L×H×P)	250×450×550 mm
Tension d'alimentation	115 VCA (±10 %)/60 Hz/1,8 A ou 230 VCA (±10 %)/50 Hz/1,7 A
Poids	18,5 kg
Catégorie de surtension	II
Niveau de pollution	2
Conditions environnementales Température Altitude Humidité	Réservé aux applications intérieures à une température de 5–40 °C, à une altitude maximum de 2000 m au-dessus du niveau de la mer humidité relative maximum 80 % pour des températures jusqu'à 31 °C, ensuite décroissance linéaire jusqu'à 50 % à 40 °C
Détection	Photomultiplicateur ultra-sensible
Source de lumière	LED bleue à haute efficacité
Gamme de températures	Température ambiante jusqu'à 100 °C
Régulation du débit de gaz	Débit du gaz de nébulisation réglé manuellement ou par ordinateur (arrêt) et débit de gaz auxiliaire breveté
Consommation de gaz	Moins de 5 l/min
Débit d'éluant	0,1 mL/min à 5 mL/min
Pilotage de l'instrument	Microprocesseur avec poste de commande manuel indépendant ou PC
Contrôle des paramètres opérationnels	Ecran numérique à cristaux liquides
Dérive du signal	Moins de 2 mV/30 min
Sortie du signal	0–1 V (analogique), RS-232 (numérique)
Entrées	Compensation automatique du point zéro à distance (fermeture de contact et TTL) Remote Powerdown Mode (fermeture de contact et TTL)
Mode de mise à l'arrêt	General Veille Nettoyage
Régulation du point zéro	Compensation manuelle et compensation à distance du point zéro

4 Description du fonctionnement

Ce chapitre explique les principes de base de l'instrument ainsi que sa structure et fournit une description fonctionnelle des modules.

4.1 Vue d'ensemble de l'instrument

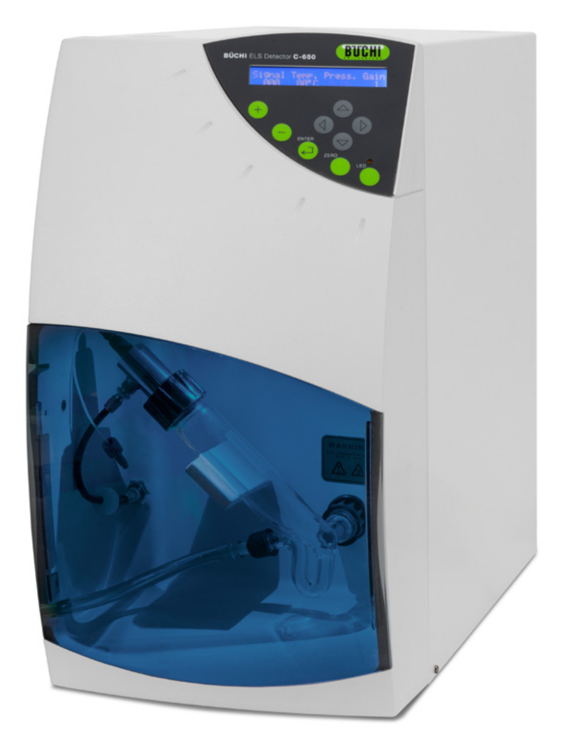


Fig. 4.1: Vue d'ensemble de l'instrument

Le C-650 est conçu pour détecter les composés de l'éluant provenant de la chromatographie préparative. Il est capable de surveiller les débits d'éluant allant de 100 µL/min à 5 mL/min. La détection à diffusion de lumière par évaporation est une technique pratiquement universelle permettant de détecter tout type d'analyte non volatil. Contrairement aux autres modes de détection comme la détection UV, il ne dépend pas de l'absorption du rayonnement et n'est pas affecté par les caractéristiques d'absorption du solvant. En effet, il est prévu pour les solvants qui absorbent les rayonnements UV. Le solvant étant entièrement évaporé, il est possible d'établir un gradient pour optimiser la séparation.

Le détecteur est réglé via le clavier et l'écran LCD numérique placé sur le panneau avant ou par une interface RS-232. Le signal analogique de sortie peut être transmis à un enregistreur, un module d'intégration ou à une station de données comme les logiciels BUCHI SeparcoreRecord ou SepacoreControl.

Le détecteur comprend une cellule de nébulisation, un tube d'évaporation et une chambre de détection. Le tube d'évaporation est chauffé pour évaporer le solvant.

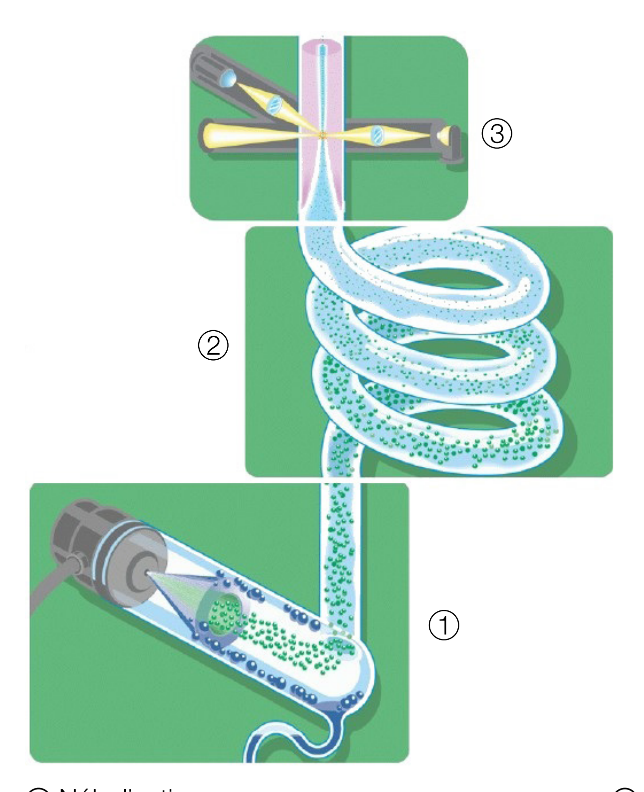
4.2 Principe de fonctionnement

Le fonctionnement du détecteur est basé sur trois étapes; nébulisation de l'éluant, évaporation du solvant et détection du(des) composé(s) désiré(s).

Nébulisation --> Evaporation --> Détection

La nébulisation consiste à convertir l'éluant en un aérosol de fines gouttelettes. L'aérosol est dirigé dans un évaporateur pour vaporiser le solvant. Le flux résiduel est alors soumis à un rayonnement par une source lumineuse et la lumière diffusée est mesurée par un photomultiplicateur. Cette lumière est proportionelle à la concentration du composé à analyser.

Vous trouverez ci-dessous une vue transversale de l'instrument.



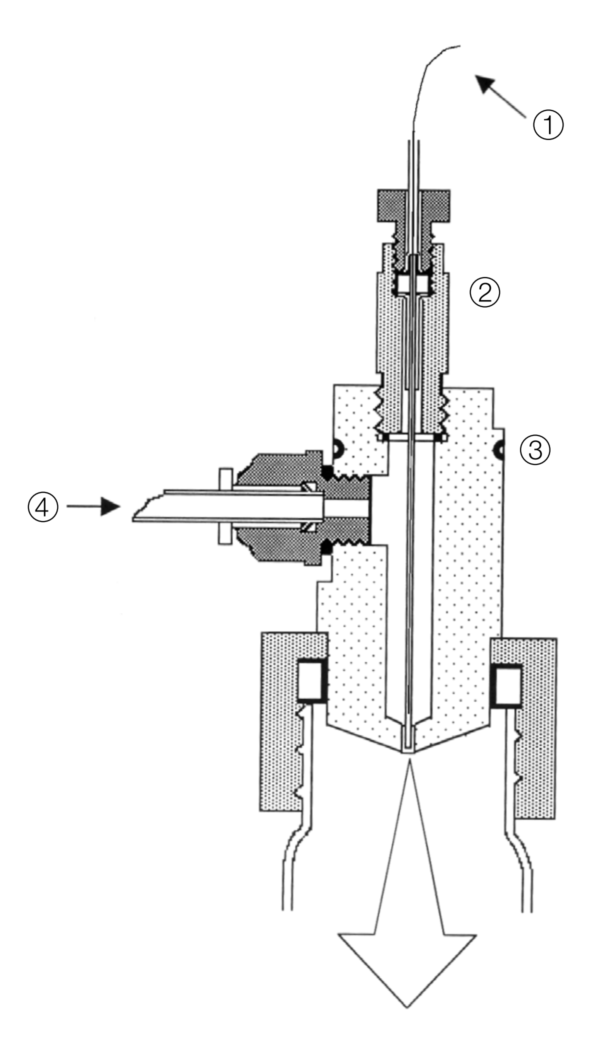
① Nébulisation
② Evaporation
③ Détection

Fig. 4.2: Vue transversale du détecteur

4.2.1 Nébulisation

L'éluant provenant du chromatographe est nébulisé par le gaz d'entrée (généralement de l'air ou de l'azote). A la sortie du nébuliseur, l'aérosol traverse une chambre. Les grosses gouttelettes contenues dans l'aérosol sont dirigées dans un siphon. Les gouttelettes fines vont dans le tube d'évaporation. La conception générale du nébuliseur est présentée dans la Fig. 4.3 et la chambre de nébulisation, dans la Fig. 4.4.

Le nébuliseur pour chromatographie préparative a un débit de 100 µL/min –5 mL/min et génère une contre-pression de 4 bar (1 mL/min) avec de l'eau.



① Entrée de liquide
② Joint d'étanchéité en couleur
③ Anneau
④ Entrée de gaz

Fig. 4.3: Conception du nébuliseur



Fig. 4.4: Chambre en verre

4.2.2 Evaporation du solvant

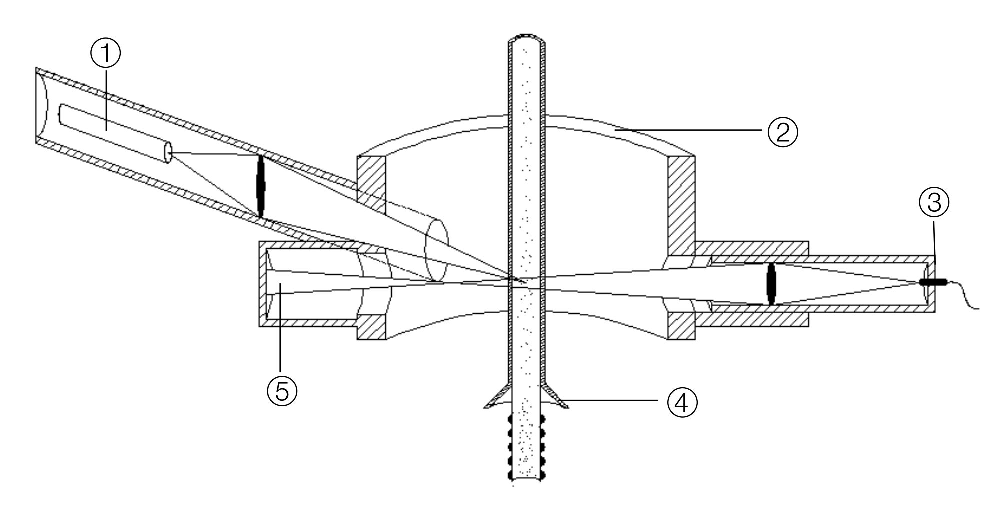
Un tube chauffé est utilisé pour évaporer le solvant. La sortie du tube chauffé conduit directement à la chambre de détection.

La chromatographie en phase liquide utilise généralement de l'eau et des solvants organiques présentant des points d'ébullition bas (par ex. CH_3OH, $CHCl_3$, CH_3CN). Une phase mobile type caractérisant la séparation en phase inverse, basée sur la détection à diffusion de lumière par évaporation peut utiliser du CH_3OH/H_2O (60/40) alors qu'une phase mobile type, inhérent à la séparation en phase normale peut recourir à du $C_6H_{14}/CHCl_3$ (60/40).

Si des acides, des bases et des solutions salines sont utilisés pour modifier la phase mobile dans le but d'obtenir la séparation désirée, ils devraient avoir été évaporés, sublimés ou décomposés en gaz dans le tube d'évaporation. Les modificateurs de phase mobile utilisés généralement en liaison avec un détecteur évaporatif à diffusion de lumière par évaporation sont: NH_4OH, $(C_2H_5)_3N$, NH_4 acétate, formiate de NH_4, HCOOH, CH_3COOH et CF_3COOH.

4.2.3 Détection

Le gaz porteur achemine les microparticules en provenance du tube chauffant dans la chambre de détection (figure 4.5).



① Photomultiplicateur
② Chambre de détection
③ LED
④ Gaz supplémentaire
⑤ Piège à lumière

Fig. 4.5: Chambre de détection

La chambre de détection contient une diode luminescente (LED) et un photomultiplicateur placé à un angle de 100 ° par rapport au faisceau lumineux (Fig. 4.5). Si le gaz porteur contient des microparticules, la lumière est diffusée et détectée par le photomultiplicateur hors axe.

L'intensité de la lumière diffusée est fonction de la masse de particules présentes. Elle a généralement un rapport exponentiel, présenté dans l'équation suivante.

$I = k\, m^b$

où: **I** correspond à l'intensité de la lumière

m est la masse de particules dispersées

k et **b** sont des constantes

La combe de log I en fonction de log m fournit une réponse linéaire. Les valeurs des constantes (k et b) dépendent de plusieurs conditions expérimentales (par ex. température et nature de la phase mobile).

Une entrée de gaz supplémentaire est située directement devant la chambre de détection pour fournir un champ concentrique au gaz porteur. Ceci permet d'éliminer la diffusion du gaz porteur et d'empêcher la contamination de la chambre de détection.

4.3 Fractionnement du débit d'éluant

Le détecteur C-650 est spécifié pour des débits compris entre 0,1 et 5 mL/min. En chromatographie préparative, le débit est pratiquement toujours supérieur à 5mL/min et les systèmes de chromatographie préparative BUCHI sont prévus pour des débits allant jusqu'à 250 mL/min. Pour ce type d'applications, le débit d'éluant sortant de la colonne chromatographique doit être fractionné en 2 différents débits :

- La plus petite partie (généralement égale à 1 mL/min) est dirigée dans le détecteur C-650. Cette partie de l'échantillon est détruite par le processus d'évaporation et de diffraction.
- La plus grande partie est acheminée dans le collecteur de fractions prévu pour collecter les composés détectés.
-

Le principe de fonctionnement est présenté ci-dessous :

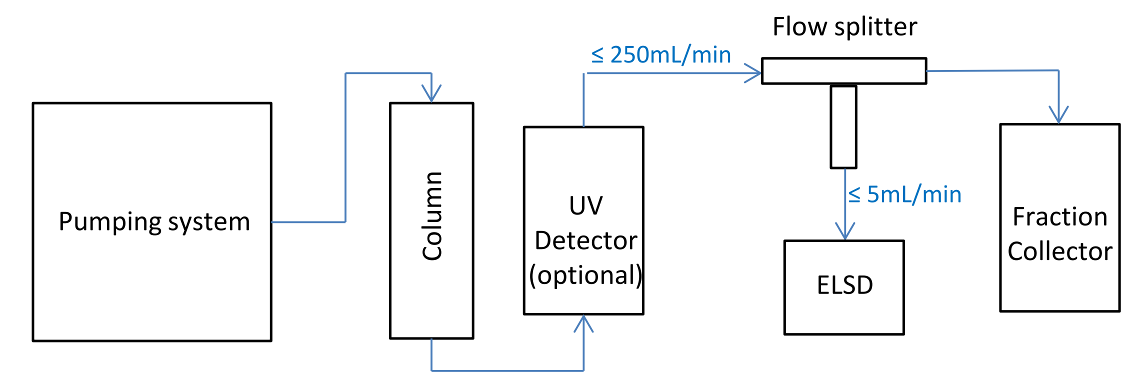


Fig. 4.6: Principe de fonctionnement du fractionneur de débit

5 Mise en service

Ce chapitre décrit l’installation de l’instrument et fournit des consignes pour la première mise en service.

REMARQUE

Soumettre l’instrument à un contrôle visuel pour vérifier qu’il n’a subi aucun dommage au déballage. Au besoin, dresser immédiatement un rapport d’état pour informer les services postaux, l’entreprise ferroviaire, ou toute autre société de transport.

Conserver l’emballage d’origine pour des transports ultérieurs.

5.1 Lieu d’installation

Placez l’instrument sur une surface stable et horizontale. Tenez compte des dimensions maximales et du poids du produit. Déterminez les conditions environnementales telles que décrites dans la section 3.2, Caractéristiques techniques.

Conditions préalables pour l’installation :

- Vérifiez que l’instrument n’est pas soumis à des courants d’air ou à d’importantes variations de la température.
- Ne pas le déposer à proximité de trappes de climatisation, de fenêtres, fours etc.
- Vérifiez que l’accès à l’alimentation électrique n’est jamais bloqué pour pouvoir déconnecter l’instrument à tout moment.
- Veillez à ce que la distance entre l’appareil et un mur ou un autre objet soit au moins égale à 20 cm.
- Posez le détecteur près de la sortie de la colonne afin de réduire l’élargissement excessif du pic en sortie de la colonne, susceptible de compromettre la résolution de la séparation chromatographique.

 **AVERTISSEMENT**

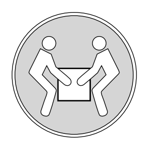


Danger de mort ou de blessures graves en cas d'utilisation dans des environnements explosibles.

- Ne pas utiliser l'instrument dans des environnements explosibles
- Ne pas utiliser l'instrument avec des mélanges de gaz explosifs
- Avant l’utilisation, vérifier que tous les raccords de gaz sont installés correctement
- Evacuer directement les gaz et substances gazeuses générés et prévoir un système de ventilation suffisamment puissant

 **ATTENTION**

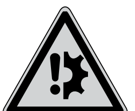




Risque de blessures légères à moyennement graves dû au poids de l'instrument.

- Transporter l'instrument à deux
- Ne pas faire tomber l'instrument
- Placer l'instrument sur une surface stable, plane et sans vibration
- Se tenir à distance des zones à risque d'écrasement
- Pour le transport, poser les mains sous l'instrument

REMARQUE



Risque d'endommagement de l'appareil par des liquides ou des chocs mécaniques.

- Ne pas déverser de liquides sur l'instrument ou sur ses composants
- Ne pas déplacer l'instrument lorsqu'il est chargé avec un échantillon liquide
- Ne pas exposer l'instrument à des vibrations extérieures
- Dans les régions exposées à des séismes, fixer l'instrument sur la paillasse pour assurer un maximum de sécurité

REMARQUE

Le détecteur C-650 étant un instrument destructif, il devrait être placé en dernier dans la zone d'écoulement. Il peut être également utilisé avec un fractionneur de débit.

5.2 Branchements électriques

REMARQUE

Les branchements externes et les rallonges doivent être pourvus d'un conducteur de terre (branchement tripolaire, cordon ou prise). Tous les cordons d'alimentation utilisés doivent correspondre aux exigences de la tension d'alimentation.

Il est recommandé de connecter tous les composants du système Flash à une prise de terre commune.

Le détecteur ne devrait pas être raccordé à l'alimentation électrique de modules caractérisés par une puissance absorbée élevée ou sujets à des pointes de tension. Ce sont par ex. les réfrigérateurs, les fours, centrifugeuses et hottes aspirantes.





REMARQUE

Risque d'endommagement de l'instrument si l'alimentation secteur n'est pas appropriée.

- Toute alimentation secteur externe doit correspondre à la tension indiquée sur la plaque signalétique
- Vérifier que la mise à la terre est suffisante

Les connexions électriques sont réalisées au niveau du panneau d'alimentation (Fig. 5.7), à l'arrière de l'appareil.

Connexion de l'enregistreur/intégrateur :

En cas d'utilisation d'un enregistreur ou d'un intégrateur, connectez l'entrée de l'enregistreur à la borne de sortie d'1 V prévue sur le panneau arrière du détecteur (Fig. 5.7) et à la prise adéquate de l'enregistreur/intégrateur.

Connexion à la fonction d'autozéro externe :

Pour utiliser la fonction d'autozéro externe, branchez le câble fourni dans la prise de raccordement du détecteur (Fig. 5.7) et dans la prise adéquate du dispositif de contrôle (par ex. passeur automatique, pompe, etc.).

Consultez la section 6.2.2 pour exploiter le signal d'autozéro externe.

Connexion du câble de connexion externe

Pour utiliser la fonction de transmission de données externes, branchez le câble fourni dans la prise adéquate du détecteur (Fig. 5.7) et dans la prise adéquate du dispositif de contrôle (par ex. passeur automatique, pompe, etc.).

Les câbles blancs sont des câbles de «sortie» à la fermeture du contact. Ils fournissent les informations prêt/pas prêt au dispositif externe. Le détecteur sera en mode «pas prêt» (le contact sera en position fermée) si au moins une des conditions suivantes est remplie :

- La lampe est éteinte.
- La température n'a pas la valeur de consigne spécifiée.
- La température est à la valeur consigne mais n'est pas stable.
- La pression est inférieure à 2,0 bar.

REMARQUE

La consommation électrique de l’instrument contrôlé ne doit pas dépasser 20 mA pour 12 VCC.

Les câbles bleus sont des câbles d’»entrée» à fermeture de contact, utilisés pour la mise hors tension (voir la section 6.5) de l’instrument via un signal délivré au détecteur par un appareil externe.

Raccordement du câble d’alimentation:

Placez l’interrupteur de MARCHE/ARRÊT dans la position ARRÊT et branchez le câble d’alimentation dans la prise située à l’arrière du détecteur.

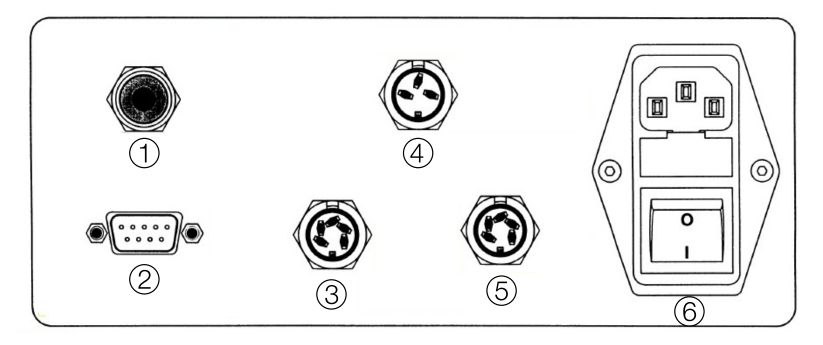
Ne pas encore enclencher l’appareil.

Le câble d’alimentation du détecteur est muni de trois fils qui doivent être raccordés à une ligne de mise à terre. Les composants du système chromatographique seront raccordés à une mise à terre commune. Si une sortie à deux fils est utilisée, vérifiez qu’il y a un adaptateur pour connecter le troisième fil à la terre.

5.3 Alimentation en gaz

L’utilisation du détecteur nécessite du gaz propre et filtré, exempt d’huile (par ex. N_2 ou de l’air pour phase mobile aqueuse). Il n’est pas nécessaire d’avoir du gaz pur, le gaz n’étant que l’agent porteur des particules solides (par ex. l’air fourni par le compresseur d’air a des propriétés acceptables s’il ne réagit pas avec l’analyse).

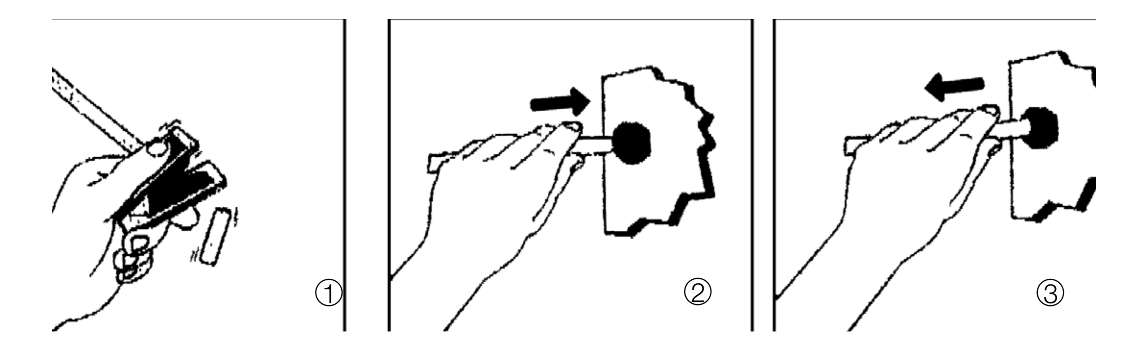
Le système d’alimentation en gaz devrait prévoir un manomètre. Réglez la pression sur 2 bar. L’instrument est connecté à l’alimentation en gaz via le tube en plastique de 6,0 mm (compris dans la fourniture), en utilisant le raccord qui se trouve en haut à gauche du panneau d’alimentation, à l’arrière du détecteur.



① Entrée de gaz
② RS-232
③ Données externes
④ Sortie de 1 V
⑤ Autozéro externe
⑥ Alimentation principale

Fig. 5.7: Panneau d'alimentation

Après avoir retiré le film plastique de l'entrée du détecteur de gaz, découpez le tube et insérez-le proprement dans le raccord, comme indiqué ci-dessous.



① Découpage du tube
② Insertion du tube à fond dans le raccord
③ Retrait du tube pour contrôler la fixation

Fig. 5.8: Installation du tube d'alimentation de gaz

Vous avez besoin de deux tubes. Si vous utilisez l'instrument avec un filtre externe, connectez la source de gaz au filtre puis raccordez le filtre à l'arrière de l'appareil.

Vérifiez qu'il n'y a pas de tube endommagé ou d'installation inappropriée susceptible de causer une fuite de gaz dans le laboratoire.

Pour retirer le tube d'entrée de gaz (si nécessaire) ; consultez la Fig. 5.9.

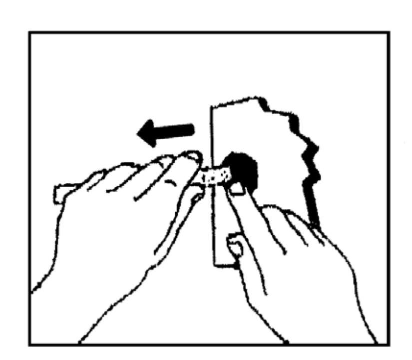


Fig. 5.9: Retrait du tube d'alimentation de gaz

Pour retirer le tube, éliminez la liaison dentée en pressant sur le manchon et retirez le tube du raccord.

5.4 Evacuation des gaz et exigences posées à la purge





AVERTISSEMENT

Risque d'inhalation de fumée toxique.

- Diriger toujours le tuyau d'évacuation noir du détecteur dans une hotte d'aspiration activée ou dans un orifice d'aération.

Les substances évacuées ne devraient jamais être libérées dans l'atmosphère du laboratoire. Eliminez les accessoires nécessaires (par ex. filtre de solvant) conformément aux réglementations locales sur la santé et la sécurité.

Le tube d'évacuation noir du détecteur peut être découpé à la longueur désirée pour être raccordé à une hotte d'aspiration ventilée ou à un orifice d'évacuation.

Le vide doit être modéré pour éviter les turbulences dans le siphon de la chambre en verre ou le déversement de liquide dans le tube d'évaporation.

Evitez de trop incliner ou de faire des boucles avec le tuyau d'évacuation noir. Ceci risque de causer des pièges de condensation et de falsifier les résultats.

Si du gaz en provenance de la hotte pénètre dans le détecteur (par. ex. s'il existe une pression négative entre le détecteur et la hotte), des substances externes contenues dans la hotte d'aspiration risquent de contaminer le détecteur.

Installez le tuyau de purge (peut être découpé à la longueur désirée) de manière à ce que la sortie du siphon soit parallèle au réservoir de déchets sans qu'il n'y ait de boucle ni pli afin d'acheminer correctement les déchets.

Fixez le tuyau de purge à l'entrée du collecteur de déchets de manière à ne pas plonger son extrémité dans le liquide du collecteur.

REMARQUE

Vérifier que le Parafilm™ est bien retiré du tuyau d'évacuation afin d'installer l'appareil.

Le tuyau de purge doit être dirigé dans un collecteur adapté au type de solvant utilisé. L'utilisateur doit veiller à décontaminer ou recycler correctement tout résidu, dans le respect des réglementations environnementales des autorités locales.

Veuillez-vous informer en détails sur les exigences locales en matière de santé et de sécurité.

Le tuyau d'évacuation noir qui se trouve à l'arrière de l'instrument devrait être raccordé à une hotte d'aspiration. Vérifiez que la hotte d'aspiration évacue le gaz libéré par le détecteur (il devrait y avoir une pression positive entre le détecteur et la hotte). Vérifiez qu'il n'y a pas de tuyau endommagé ou que l'appareil a été installé correctement pour empêcher toute libération de gaz dans le laboratoire.

Installez le tuyau d'aération de manière à ne pas pouvoir le bloquer ou le plier, ou réduire le flux de gaz entre le détecteur et la hotte d'aspiration.

Evitez les longueurs de tuyaux excessives dans le sens vertical, se traduisant par un retour d'eau condensée dans le détecteur.

Si vous devez utiliser un tuyau prolongateur (dans le cas où le tuyau fourni ne serait pas assez long), vous pouvez glisser un tuyau en PVC d'une longueur correspondant au ¾ du tuyau sur le tuyau d'évacuation.

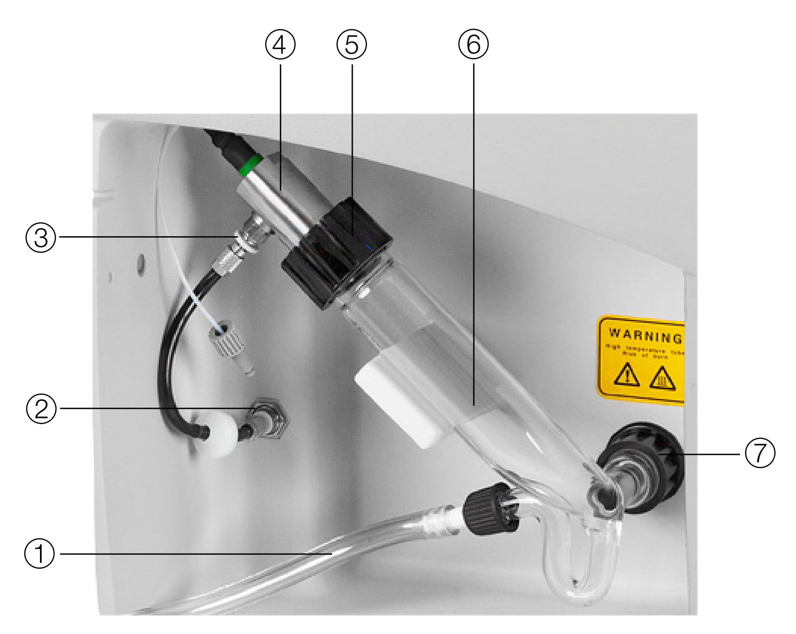
5.5 Installation du nébuliseur/de la chambre en verre avec ses composantes

Le film Parafilm™ recouvre divers orifices dans le compartiment, le nébuliseur et le matériel en verre pour empêcher l'infiltration de poussière dans le détecteur pendant le transport.

REMARQUE

Lors de l'installation du capot avant noir transparent, commencez par fixer le côté droit puis poussez le côté gauche. Lors du retrait du capot avant, ne tirez que sur la partie gauche.

L'assemblage nébuliseur/chambre en verre installé est présenté dans la Fig. 5.10.



① Tube de trop-plein à siphon
② Vanne de gaz anti-retour
③ Raccord de gaz d'entrée
④ Nébuliseur
⑤ Ecrou
⑥ Chambre en verre
⑦ Ecrou

Fig. 5.10: Installation de l'assemblage nébuliseur/chambre en verre

Pour installer la chambre en verre :

Retirez le Parafilm™ posé sur les orifices du détecteur et la cellule de nébulisation.

Positionnez la chambre en verre comme indiqué dans la Fig. 5.10 et serrez l'écrou noir au niveau de la partie inférieure. La chambre en verre devrait être en contact avec la paroi noire, comme indiqué dans la Fig. 5.11.



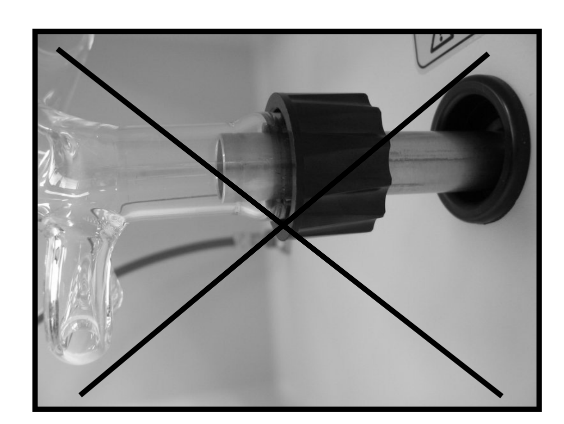




Fig. 5.11: Fixation de la pointe de la chambre en verre

Utilisez le grand écrou noir pour positionner le nébuliseur sur la chambre en verre.

Remplissez le tube de trop-plein à siphon sur l'assemblage du nébuliseur/chambre en verre avec la phase mobile qui sera utilisée pour la séparation. Si vous recourez à un solvant particulièrement volatil (par ex. hexane ou CH_2Cl_2), utilisez de l'eau pour obtenir un trop-plein. Le liquide devrait remplir le coude du siphon, sans atteindre le bas du tube d'évaporation.

Vérifiez qu'il n'y a pas de fuite de liquide risquant de compromettre la performance du détecteur ou de polluer l'atmosphère du laboratoire.

5.5.1 Raccord du tube de trop-plein à siphon

Fixez un assemblage à tube de purge Tygon à l'extrémité du tube à siphon en utilisant le raccord de tuyau conique, dirigez le tuyau vers les déchets et procédez à la purge. Positionnez le tuyau de manière que la partie du solvant à éliminer puisse s'écouler librement du siphon et vérifiez que l'extrémité du tuyau n'est pas plongée dans le liquide collecté. Vérifiez que le conteneur de déchets liquides est adapté au type de solvant utilisé.

Vérifiez qu'il n'y a pas de fuite de liquide au niveau du siphon risquant de compromettre la performance du détecteur ou de polluer l'atmosphère du laboratoire.

Installez le tuyau de purge (peut être découpé à la longueur désirée) de manière à ce que la sortie du siphon soit parallèle au réservoir de déchets sans qu'il n'y ait de boucle ou pli afin d'acheminer correctement les déchets.

Fixez le tuyau de purge à l'entrée du collecteur de déchets de manière à ne pas plonger son extrémité dans le liquide du collecteur.

Un tuyau de purge plié ou plongé dans le liquide créera des variations de la pression dans le détecteur et compromettra les résultats.

Si le solvant utilisé n'est pas compatible avec le système Tygon (par ex. THF), utilisez un morceau de tuyau PTFE ou tout autre matériel compatible avec votre solvant.

Veuillez-vous informer en détails sur les réglementations locales en matière de santé et de sécurité et sur le recyclage des solvants.

5.5.2 Raccord du gaz de nébulisation au nébuliseur

Fixez le tuyau de gaz de nébulisation, situé sur le panneau avant, au raccord d'entrée de gaz du nébuliseur qui se trouve sur le côté du nébuliseur. Consultez la Fig. 5.10.

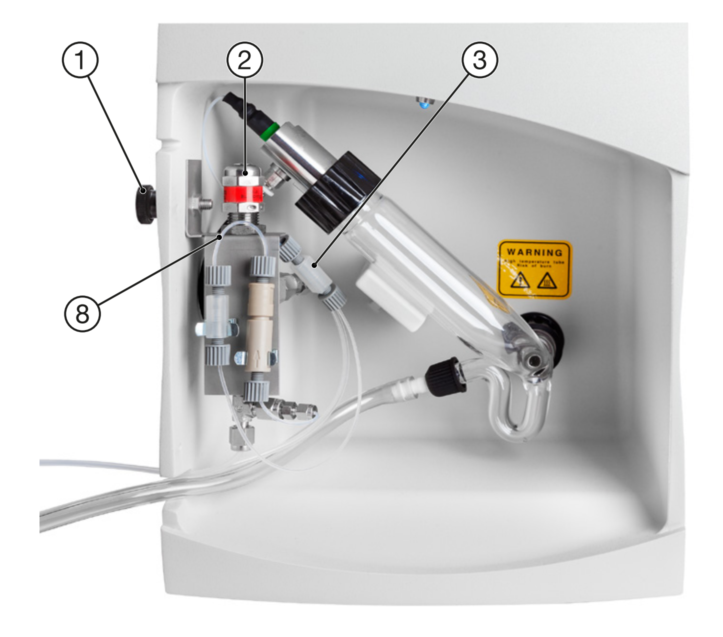
REMARQUE

Vérifiez que vous montez correctement le raccord noir du tube de gaz, alors que la vanne anti-retour blanche est située sur l'extrémité inférieure (près de l'arrivée de gaz).

5.6 Installation du fractionneur de débit

5.6.1 Raccord du fractionneur de débit

Le fractionneur de débit est fourni sous forme de kit complet (numéro d'article 11059007) et doit être monté à l'intérieur du détecteur, comme indiqué ci-dessous :



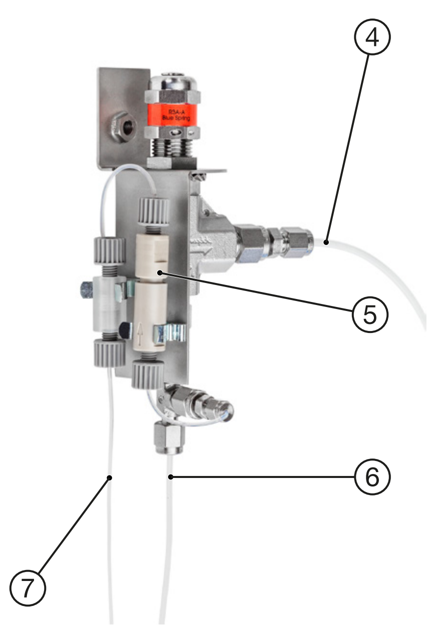


Fig. 5.12: Chambre de détection/Fractionneur de débit

① Vis de serrage
② Bouton de réglage du débit
③ Raccord permettant de relier le fractionneur au nébuliseur
④ Débit vers le collecteur de fractions
⑤ Filtre en ligne
⑥ Débit en sortie de la colonne
⑦ Débit vers le nébuliseur ELSD
⑧ Capillaire de régulation, diamètre intérieur de 0,10 mm

1. Serrez le fractionneur à l'aide de la vis de serrage ① sur le côté gauche du ELSD.
2. Raccord des tuyaux suivants au kit de fractionnement :
   - Sortie ⑥ de la colonne
   - Raccord du tuyau ④ au collecteur de fractions

   REMARQUE
   Ne pas raccorder le fractionneur au nébuliseur ELSD avant d'avoir réglé le débit sur 1 mL/min.

   Recommandation :

   Pour les applications de chromatographie préparative, raccorder les colonnes au fractionneur après l'étape de conditionnement.

5.6.2 Ajustage du débit d'écoulement au fractionneur ELSD

1. Retirez l'autocollant de protection du bouton de réglage du débit et conservez le réglage prédéfini.
2. Lancez le système de pompage avec l'éluant adapté à votre application.
3. Contrôlez le débit. Si le débit n'est pas réglé sur 1 mL/min, ajustez-le à l'aide du bouton de réglage du débit jusqu'à ce que le débit fourni soit environ égal à 1 goutte/seconde, ce qui correspond à env. 1 mL/min (±10 %). Mesurez le débit à l'aide d'un récipient cylindrique gradué. Pour le réglage, il suffit de tourner légèrement le bouton. Une rotation excessive risque de générer une pression retour trop élevée (environ une demi-rotation dans le sens horaire).

REMARQUE

A la livraison, le fractionneur de débit est muni d'un capillaire de régulation noir d'un diamètre intérieur de 0,10 mm. Cette configuration est particulièrement bien adaptée aux séparations en phase normale, avec des solvants peu visqueux. Pour les applications en phase inverse avec des solvants de viscosité supérieure à 0,5 cP, ce capillaire doit être remplacé par le capillaire de régulation violet d'un diamètre intérieur de 0,15 mm (N° d'art. 11059075).

5.6.3 Raccord du nébuliseur ELS

1. Arrêtez le système de pompage.
2. Connectez le fractionneur au nébuliseur ELSD à l'aide du raccord fourni (N° d'art. 044302), (position ③ dans la Fig. 5.12).

5.7 Mise en service de l'instrument

Placez l'interrupteur de marche/arrêt (ON/OFF) dans la position OFF (arrêt) et branchez l'instrument en utilisant la prise murale. Enclenchez l'instrument à l'aide de l'interrupteur de marche/arrêt ON/OFF. Le numéro de la version et la date de création apparaissent pendant quelques secondes à l'écran (le numéro de la version devrait être enregistré car il pourrait être nécessaire pour la maintenance et l'élimination des dérangements). Vous voyez alors les informations sur les options logicielles (activées ou non), puis le signal (d'env. 0 mV ou une valeur très proche), la température (qui devrait correspondre à la température ambiante), la pression (zéro ou près de 0) et le gain. Vérifiez que les raccords sont étanches et contrôlez la présence de fuites à la mise en marche de la pompe. Installez le capot noir du panneau avant, commencez par fixer le côté droit puis poussez le côté gauche.

REMARQUE

Le niveau de liquide dans le siphon doit être stable et uniforme des deux côtés. Si le vide est trop important, du liquide sera dirigé dans le tube d'évaporation ou générera des bulles d'air en raison de la liaison avec le tuyau de purge, le tout causant des erreurs de mesure.

5.8 Panneau de commande

Le panneau de commande (Fig. 5.13) est muni d'un écran numérique et d'une série de boutons permettant d'entrer les données.

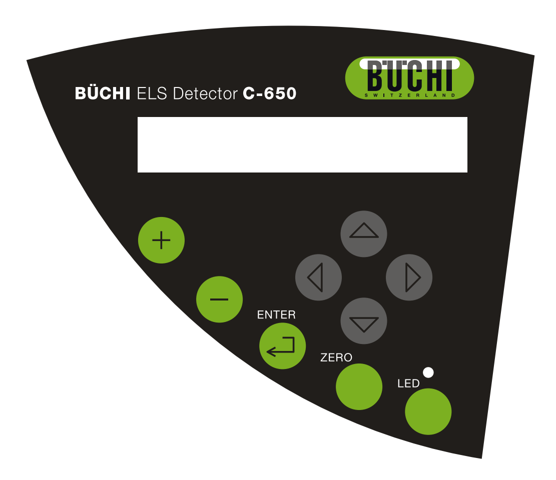


Fig. 5.13: Panneau de commande

5.8.1 Ecran numérique

L'écran numérique affiche les informations sur l'état momentané du détecteur. Il sert à entrer divers paramètres. Lorsque le détecteur est enclenché, l'écran affichera un message informatif pendant quelques secondes avec le numéro de la version et la date.

Lorsque le détecteur aura effectué les procédures d'initialisation, l'écran initial fera place aux différents états (Fig. 5.14). Le signal devrait être proche de zéro.

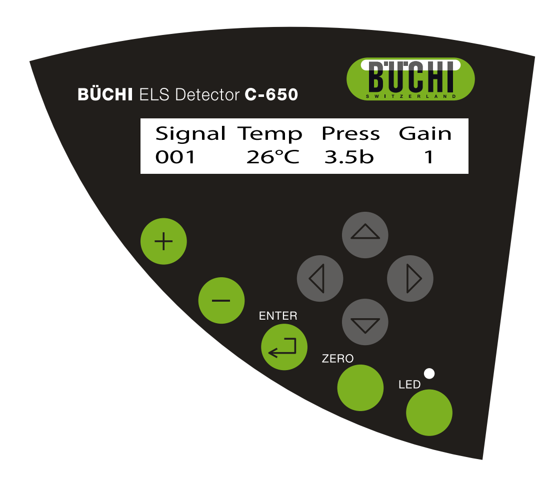


Fig. 5.14: Ecran d'état

L'interface utilisateur est fournie avec une série d'écrans, comme décrit dans la section 5.8.2. Certains écrans délivrent des informations sur l'état de l'instrument. Ils ne peuvent pas être édités par l'utilisateur (par ex. l'écran Status) alors que d'autres écrans (par ex. l'écran de température/gain, Fig. 5.16) permettent d'entrer les valeurs de consigne.

Les touches du panneau de commande sont destinées aux fonctions suivantes :

+	Permet d'augmenter la valeur momentanée d'un paramètre défini par l'utilisateur (par ex. la valeur offset) d'1 unité. Si la touche reste enfoncée, le critère de variation du paramètre augmentera.
−	Permet de diminuer la valeur momentanée d'un paramètre défini par l'utilisateur (par ex. la valeur offset) d'1 unité. Si la touche reste enfoncée, le critère de variation du paramètre augmentera.
↵	Valide la valeur du paramètre que vous avez éditée.
ZERO	Met à zéro le signal actuel du détecteur.
LED	Permet d'activer la LED du détecteur. Si la LED est éteinte, la LED du clavier placée directement au-dessus de la touche sera activée.
△ ▽	Fait passer la ligne activée à l'écran à la ligne suivante (précédente) ou à l'écran suivant (précédent).
◁ ▷	Déplace le curseur sur l'écran, dans la zone suivante (précédente).

5.8.2 Interface utilisateur

L'écran Status (Fig. 5.14) est l'écran par défaut. Il est présenté après l'initialisation du détecteur. Par ailleurs, il réapparaîtra automatiquement si vous avez accédé à un autre écran ou si vous n'avez pas pressé de touche pendant plusieurs secondes.

Chaque modification des paramètres doit être validée par OK ou alors, la modification ne sera pas appliquée.

Ecran Status

L'écran Status (Fig. 5.14) présente les conditions actuelles du détecteur. Cet écran ne peut pas être

édité mais la valeur offset désirée pourra être définie à l'écran Offset (Fig. 5.15). La température et le gain seront définis via l'écran Temp/Gain (Fig. 5.16) et les unités de la pression seront sélectionnées via l'écran Noise Filter/Pressure Unit (Fig. 5.18).

La valeur de la température clignote si la température désirée n'est pas atteinte et stable. La valeur de la pression clignote si la pression du gaz est inférieure à 2.0 bars.

Lorsque la touche ▽ est pressée ; l'écran Offset (Fig. 5.15) utilisé pour sélectionner la valeur offset désirée est affiché.

Ecran Offset

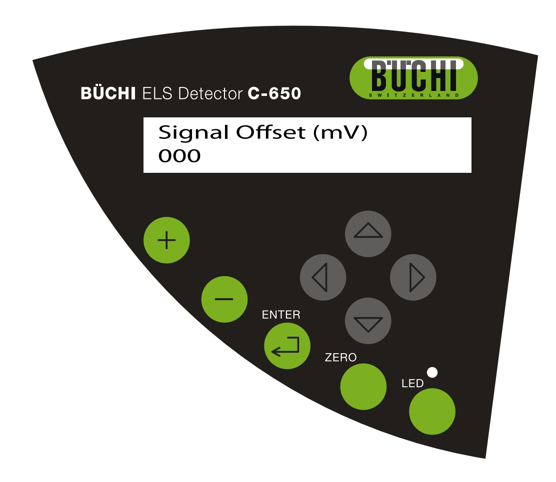


Fig. 5.15: Offset

Pour augmenter la valeur offset, cliquez sur la touche ⊕. Si vous actionnez rapidement la touche, la valeur sera augmentée d'1 unité ; si vous pressez la touche et la maintenez enfoncée, la valeur augmentera à un rythme de 20 mV/sec.

Après avoir défini la valeur offset désirée, pressez la touche ⏎ pour valider la nouvelle valeur.

Si la compensation du point zéro est effectuée automatiquement, l'opération Autozero met à jour la valeur offset pour définir le signal sur 0 mV.

Pressez la touche ▽ pour accéder à l'écran Temp/Gain (Fig. 5.16).

Ecran Temperature/Gain

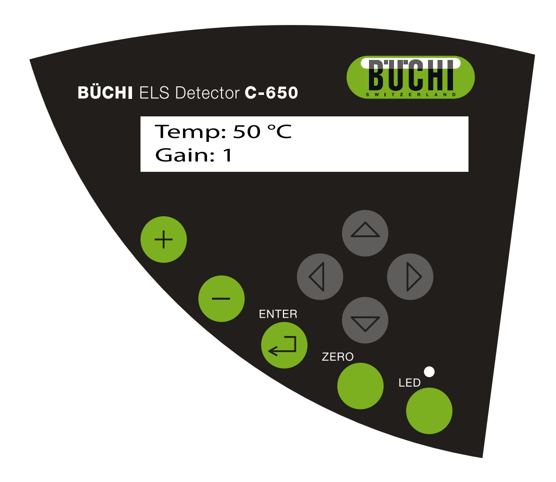


Fig. 5.16: Ecran Temp/Gain

L'écran Temp/Gain permet de définir la température et le gain désirés. A l'apparition de l'écran, le curseur est placé sur le réglage de la température. Ce réglage peut être modifié à l'aide des touches ⊕ et ⊖, puis validé à l'aide de la touche ⏎. La plage de températures est comprise entre 20 et 100 ˚C.

Si le détecteur est mis en marche pour la première fois ou si vous modifiez la température, il est possible qu'elle commence par dépasser légèrement la valeur consigne pour ensuite se stabiliser à la valeur désirée. Ce phénomène est causé par le réglage de l'instrument et ne devrait pas faire l'objet d'un problème.

REMARQUE

Pour conserver le contrôle de la température, lorsque la température inférieure limite est nécessaire, il est recommandé de régler une valeur de minimum 5 °C au-dessus de la température ambiante. En général, la température se stabilise en 30 minutes. Veuillez tenir compte du fait que la durée nécessaire à stabiliser la température à une valeur proche de la température ambiante risque d'être supérieure.

La zone Gain peut être éditée normalement à l'aide de la touche ▽. La plage de gains va de 1 à 12, chaque incrément d'une unité augmentant le gain du facteur 2 (par ex. si vous faites passer le gain de 1 à 4, il augmentera du facteur 8). La pleine plage de gains est comprise entre 1 et 2048. Après avoir validé le paramètre de gain désiré, réappuyez sur la touche ▽ pour afficher l'écran Autozero Offset (Fig. 5.17).

Ecran Autozero offset

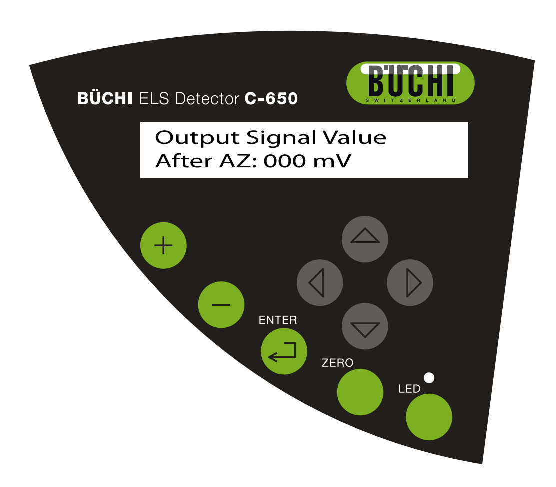


Fig. 5.17: Ecran Autozero offset

L'écran permet au signal d'atteindre la valeur désirée après une compensation automatique du point zéro (sur clavier ou par fermeture de contact externe).

Cette fonction peut être utile si l'utilisateur désire avoir un signal positif et non égal à zéro, et plus particulièrement pour certains systèmes de détection qui n'ont qu'une fonctionnalité de détection positive du signal.

Ce réglage peut être modifié à l'aide des touches ⊕ et ⊖, puis validé à l'aide de la touche ↵.

Si vous avez défini la valeur autozéro offset désirée, appuyez sur la touche ▽ pour afficher l'écran Noise Filter/Pressure Unit (Fig. 5.17).

Ecran Noise Filter/Pressure unit

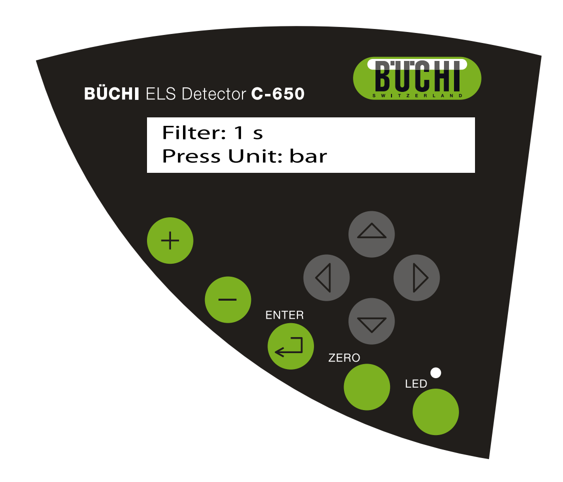


Fig. 5.18: Ecran Noise Filter/Pressure unit

L'écran Filter/Pressure Unit permet de définir un filtrage numérique pour les données du signal (améliore le rapport signal/bruit) et les unités désirées pour l'affichage de la pression.

A l'apparition de l'écran, le curseur est placé sur la zone Filter. A l'aide des touches ⊕ ou ⊖, modifiez l'intensité de filtrage dans la plage de valeurs suivantes :

"NO" : pas de filtrage.

0,5 s : filtrage à moyenne glissante à un rythme de 0,5 secondes.

1 s…10 s : filtrage à moyenne glissante à un rythme de 1 à 10 secondes.

REMARQUE

Pour améliorer les résultats, utilisez le filtre numérique à moins que le(s) pic(s) intéressant(s) ait/aient une faible résolution (par ex. si Rs<1,5).

La valeur par défaut est égale à 1 secondes. Ceci correspond à un pic d'env. 2 secondes à la mi-hauteur. Pour de plus amples informations, veuillez vous reporter à la section 6.4.5 du manuel, Optimisation du filtre.

Si vous avez modifiez la valeur, faites ⏎ pour la valider avant d'actionner la touche ▽ pour accéder au champ Press Unit. Le champ Unité de pression propose les unités de la pression KPa, bar ou psi. La sélection désirée est réalisée à l'aide de la touche ⊕ ou ⊖, puis validée avec ⏎.

Actionnez la touche ▽ pour accéder à l'écran LED (Fig. 5.19).

Ecran LED

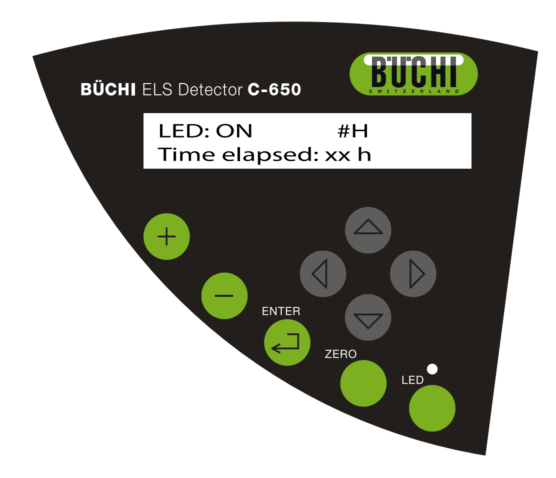


Fig. 5.19: Ecran LED

L'écran LED permet d'activer/de désactiver la source lumineuse. Il remplit la même fonction que la touche Light Source du panneau de commande. Pressez les touches ⊕ et ⏎ pour activer la LED, puis les touches ⊖ et ⏎ pour la désactiver.

La zone # heures indique le nombre d'heures pendant lequel la LED a été utilisée. La durée de vie de la LED est d'environ 5000 h. A la fin de cette durée, le système lance un message à la mise en marche de l'instrument, indiquant que la lampe a dépassé le nombre d'heures d'exploitation maximum. La LED orange du clavier émet alors un signal clignotant.

Actionnez la touche ▽ pour accéder à l'écran Gas Valve (Fig. 5.20).

Ecran Gas valve

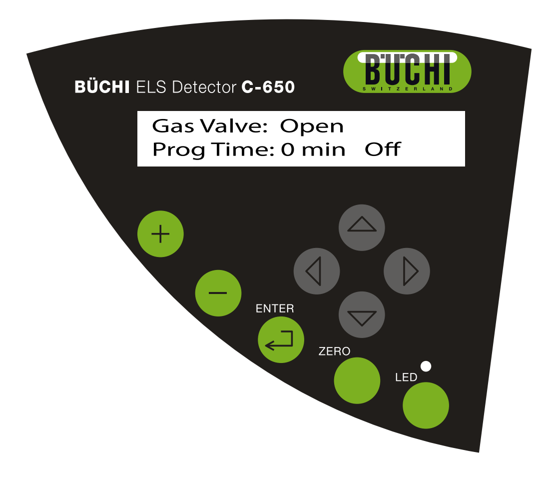


Fig. 5.20: Ecran Gas valve

L'écran Gas Valve permet d'ouvrir/de fermer la vanne de gaz et de configurer un programme afin de refermer la vanne après la durée sélectionnée par l'utilisateur. Pour utiliser cette fonctionnalité, amenez le curseur dans la zone temporelle, indiquez la durée adéquate puis dirigez le curseur sur Off/Arrêt et pressez la touche ⊕ ou ⊖ pour sélectionner On/Marche et faites ⏎.

Actionnez la touche ▽ pour afficher l'écran External Shutdown (Fig. 5.21).

Ecran Power Down

L'écran Power Down Mode (Fig. 5.21) indique les fonctionnalités à désactiver lors de la réception d'un signal de désactivation en provenance d'une source externe ou du menu.

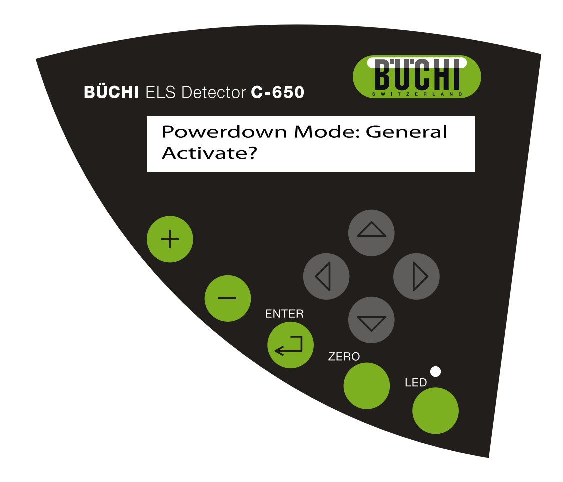


Fig. 5.21: Ecran Power Down

Les trois options fournies pour l'arrêt externe sont résumées dans le tableau suivant.

MODE	Photomultipli-cateur	Lampe	Chauffage	Débit de gaz
Général	Arrêt	Arrêt	Arrêt	Arrêt
Veille	Arrêt	Arrêt	Marche	Arrêt
Nettoyage	Arrêt	Arrêt	Marche	Marche

Pour sélectionner le mode Power Down désiré, utilisez les touches ⊕ ou ⊖ pour accéder au mode désiré puis validez la sélection à l'aide de ↵.

REMARQUE

Il faut patienter quelques minutes avant d'accéder au statut opérationnel, en partant du mode General power down, la température devant tout d'abord se stabiliser.

Après avoir choisi et validé le mode Power Down, vous pouvez arrêter le détecteur de deux manières :

Coupez l'alimentation du câble de connexion externe par fermeture de contact: Le détecteur est désactivé tant que le contact reste fermé. Il retourne au mode d'exploitation normal dès la réouverture du contact.

Ecran Power down: Actionnez la touche ▽ pour aller à l'écran power down, puis réactionnez la touche ▽ afin de positionner le curseur dans le champ activé Power down. Validez avec ↵ pour placer le détecteur dans le mode power down.

REMARQUE

Pour quitter le mode power down, relâchez la fermeture de contact si la désactivation a été déclenchée par un événement externe ou pressez une touche quelconque si la désactivation a été validée à l'écran Power down.

Si le curseur est placé sur le champ Mise hors tension Power down, pressez la touche ▽ pour faire apparaître l'écran Total Lifetime Elapsed (Fig. 5.22).

Ecran Total Lifetime Elapsed

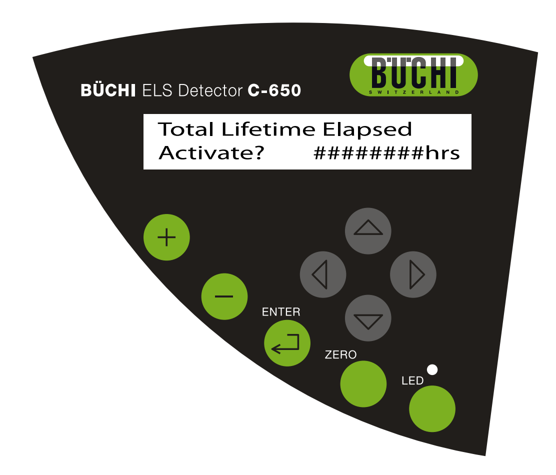


Fig. 5.22: Ecran Total Lifetime Elapsed

L'écran d'informations Total Lifetime Elapsed spécifie le domaine d'application du détecteur. Il ne peut pas être édité par l'utilisateur. Actionnez la touche ▽ pour accéder à l'écran Serial Number (Fig. 5.23).

Ecran Serial Number

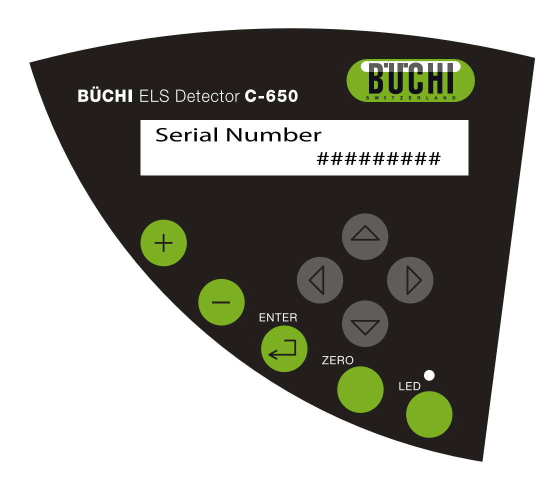


Fig. 5.23: Ecran Serial Number

L'écran Serial Number ne peut pas être édité par l'utilisateur. Le dernier caractère indique la révision matérielle du détecteur. Actionnez la touche ▽ pour accéder à l'écran Firmware (Fig. 5.24).

Ecran Firmware

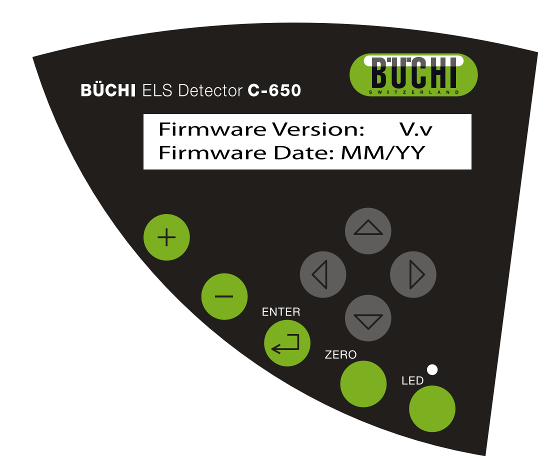


Fig. 5.24: Ecran Firmware

Cet écran d'informations affiche la version et la date du firmware, MM correspondant alors au mois et YY, à l'année. L'écran Firmware ne peut pas être édité par l'utilisateur.

Actionnez la touche ▽ pour afficher l'écran Factory Menu Code (Fig. 5.25).

Ecran Factory Menu Code

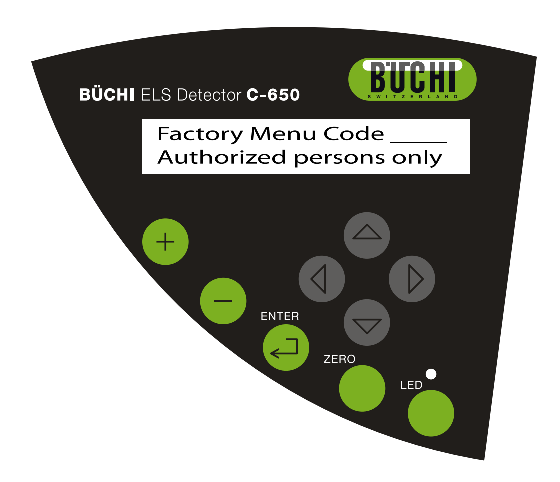


Fig. 5.25: Ecran Factory Menu Code

L'écran Factory Menu Code permet à l'ingénieur de service d'accéder à une série de fonctionnalités de service. Il n'est pas prévu pour l'utilisateur.

5.9 Procédures à réaliser avant le premier test

5.9.1 Travaux préliminaires

Cette section contient un rapport qui permettra à l'utilisateur de vérifier que le détecteur fonctionne correctement.

Lors de la configuration de l'instrument, effectuez les opérations indiquées ci-dessous pour déterminer les caractéristiques spécifiques. Nous vous proposons d'enregistrer les résultats dans un endroit précis afin de pouvoir les consulter en cas de problème.

Avant de démarrer les tests sur un instrument neuf ou après l'enregistrement, purgez le détecteur avec un débit d'eau de 1 mL/min pendant une durée minimum de 15 minutes.

Nous recommandons expressément les opérations suivantes :

Enclenchez l'instrument. A la livraison, le détecteur est réglé sur un gain de 1 et une valeur de compensation de 0 mV. L'écran Signal devrait afficher 000 (ou un très petit signal).

Allez à l'écran Temperature/Gain, réglez la température sur 50 °C et pressez la touche ⏎. Consultez l'écran Status et vérifiez que la température passe à la valeur de consigne. Le réglage de la température est stable dès que la valeur de la température cesse de clignoter.

Si le détecteur est mis en marche pour la première fois ou si vous modifiez la température, il est possible qu'elle commence par dépasser légèrement la valeur consigne pour ensuite se stabiliser à la valeur désirée. Ce phénomène est causé par le réglage de l'instrument et ne devrait pas faire l'objet d'un problème.

Alimentez le détecteur en gaz et réglez la pression sur 2 bar (29 psi). Si la pression est inférieure à 1,5 bar (21 psi), la valeur de la pression clignote, indiquant que le détecteur n'est pas prêt.

Vérifiez que la pression du gaz acheminé dans le détecteur est inférieure à 4,5 bar (67 psi). Si la pression passe au-dessus de 4,5 bar (67 psi), le détecteur de la pression risque d'être endommagé. Ce dommage n'est pas pris en charge par la garantie.

Si vous disposez d'un manomètre externe, vérifiez que la valeur externe affichée et la valeur indiquée à l'écran Status sont équivalentes.

Appuyez sur le touche „ZERO". Le signal devrait être proche de zéro et rester constant.

Réglez le filtrage du bruit sur 1 s (consultez la Fig. 5.18).

5.9.2 Test électronique d'émission de bruit

Pour déterminer le bruit électronique :

Ne pas enclencher la source lumineuse. Ne pas enclencher la pompe (pas de débit de solvant).

Vérifiez que le siphon est rempli et que le raccord d'entrée du nébuliseur est bloqué à l'aide de Parafilm™ pour éviter l'effet Venturi.

Réglez la pression du gaz sur 2 bar (29 psi) et la température sur 50 °C. Patientez jusqu'à ce que la température se stabilise.

Réglez un gain de 12 et surveillez le signal pendant une durée de 5 min. La variation du signal devrait être inférieure à +/-2 mV (il peut y avoir des pics).

Enregistrez le niveau et refaites la compensation automatique du point zéro du détecteur.

5.9.3 Test de bruit de fond (lumière parasite)

Pour déterminer le bruit de fond :

Ne pas enclencher la pompe (pas de débit de solvant).

Vérifiez que le siphon est rempli et que le raccord d'entrée du nébuliseur est bloqué à l'aide de ParafilmTM pour éviter l'effet Venturi.

Réglez la pression du gaz sur 2 bar (29 psi) et la température sur 50 °C.

Enclenchez la source lumineuse.

Réglez le gain sur 1.

Réglez la valeur de compensation sur 0 mV.

Réglez la valeur de compensation après l'Autozero sur 0 mV (consultez la Fig. 5.17).

Effectuez la compensation automatique du point zéro du détecteur.

Réglez le gain sur 12.

Patientez pendant 15 minutes pour stabiliser et enregistrer le niveau du signal. Le niveau attendu est généralement compris entre 100 mV et 150 mV. La valeur exacte variera légèrement. Les faibles écarts ne devraient pas poser de problème.

5.9.4 Test d'émission de bruit du solvant

Pour déterminer le bruit du solvant :

Vérifiez que le gaz circule à une pression de 2 bar (29 psi), que la température est réglée sur une valeur stable de 50 °C et que la pompe est à l'arrêt.

Enclenchez la source lumineuse, réglez le gain sur 12 et surveillez le signal. Ne pas soumettre le détecteur à une compensation automatique du point zéro. Le signal devrait être négatif.

Dérivez la colonne et raccordez le détecteur au système d'alimentation en phase mobile, puis pompez le solvant que vous désirez utiliser pour vos analyses en respectant un débit de 1 mL/min.

Surveillez la courbe de référence pendant quelques minutes.

Si vous utilisez de l'eau comme solvant, le signal devrait être inférieur à 10 mV. Des valeurs supérieures sont susceptibles d'apparaître si vous utilisez de l'eau non spécifiée pour les applications HPLC (avec une quantité de résidus non volatils supérieure).

Si vous utilisez un solvant organique, le signal devrait être inférieur 200 mV.

Pour les mélanges aqueux/organiques, le signal attendu sera à peu près linéaire si l'on tient compte de la concentration de la phase organique dans le solvant (par ex. un mélange de solvant eau/organique (50:50) devrait fournir un signal inférieur à 100 mV).

REMARQUE

La pureté du solvant est critique pour les bruits de fond peu élevés. La sensibilité est proportionnellement inverse au bruit du solvant.

Dans la plupart des cas, l'eau distillée et les solvants spécifiés pour les applications HPLC délivrent de bons résultats. La comparaison de solvants de diverses sources fait apparaître que le paramètre le plus critique est le Résidu après évaporation; ce paramètre devrait être inférieur à 1 ppm afin d'augmenter la sensibilité du détecteur au maximum.

Si l'instrument ne réussit pas le test d'émission du bruit du solvant, ceci est probablement dû à la présence d'une impureté dans le solvant plutôt qu'à une erreur au niveau de l'instrument. Si le fait de changer de source de solvant ne résout pas le problème, il peut être nécessaire de décontaminer l'instrument, comme décrit dans la section 8.7.2 ou de nettoyer le nébuliseur, comme décrit dans la section 8.5.

Lors du filtrage du solvant, vérifiez qu'il n'extrait pas d'agent contaminant du filtre.

La phase mobile ne devrait pas contenir de modificateurs non volatils. Les modificateurs volatils (par ex. CHOOH, CH_3COOH, CF_3COOH, NH_4, formiate de NH_4, acétate, $(C_2H_5)_3N)$…) peuvent être utilisés mais ils risquent d'augmenter le niveau de bruit à des paramètres de gains élevés. Par ailleurs, le solvant ne devrait pas contenir d'agent préservatif (par ex. le tétrahydrofurane peut contenir un stabilisateur BHT).

5.9.5 Test d’émission de bruit sur la colonne

REMARQUE

Si des composés à forte rétention sont élués lentement hors de la colonne, on assistera à la formation excessive de bruit.

Pour déterminer le bruit de la colonne :

Arrêtez la pompe et raccordez la colonne.

Redémarrez la pompe et laissez la phase mobile traverser le système. Nous recommandons de purger la colonne pendant quelques minutes à l’aide d’un puissant solvant avant de la raccorder au détecteur.

Réglez le gain sur 12 et surveillez la courbe de référence pendant quelques minutes. Une colonne adéquate fournira une courbe de référence qui défilera à 20–50 mV au-dessus de la courbe de référence du solvant.

REMARQUE

Si la phase mobile contient des modificateurs acides (par ex. CF_3COOH*), déconnectez le détecteur et lavez le système de chromatographie pendant 12 h avant de commencer l’analyse d’échantillons inconnus. Ce lavage devrait être réalisé après avoir terminé le test d’émission de bruit sur la colonne. Il n’est pas nécessaire de le refaire après chaque analyse.*

6 Fonctionnement

Ce chapitre décrit les opérations de routine à réaliser si vous désirez utiliser le détecteur C-650 pour collecter des données chromatographiques. Vous y trouverez des exemples d'applications et des instructions sur l'utilisation adéquate et sûre de l'instrument.

6.1 Préparation de l'instrument en vue de l'utilisation



⚠ ATTENTION

Les liquides inflammables constituent un risque d'incendie !

- Contrôlez le raccord de tous les tuyaux et tubes avant d'enclencher l'appareil.
- Vérifiez que tous les tuyaux et tubes sont en bon état (sans fissure ni arête vive).

Pour préparer le détecteur aux opérations :

- Enclenchez le détecteur en pressant l'interrupteur situé sur le panneau arrière.
- Ouvrez la soupape d'alimentation en gaz et réglez la pression sur 2 bar (29 psi). La pression est indiquée sur l'écran Status.
- Vérifiez que le siphon de la chambre de nébulisation contient suffisamment de liquide. Si nécessaire, pompez quelques mL de solvant dans l'instrument pour remplir le siphon.
- Sélectionnez la température désirée. La température est réglée à l'écran Temp/Gain. Vous y accédez en pressant deux fois la touche ▽ à l'apparition de l'écran Status.
- Démarrez le débit en phase mobile au travers de l'instrument et faites fonctionner l'ensemble du système pendant au moins 15 minutes pour vérifier que tous les composants sont équilibrés et stabiliser la courbe de référence.
- Enclenchez la source LED du détecteur à l'aide de la touche placée sur le panneau de commande.

REMARQUE

Effectuez le test d'émission de bruit du solvant (section 5.9.4) et le test d'émission de bruit de la colonne (section 5.9.5) pour vérifier que le détecteur fonctionne correctement.

REMARQUE

Le niveau de liquide dans le siphon doit être stable et uniforme des deux côtés.

6.2 Compensation automatique du point zéro du détecteur

6.2.1 Compensation manuelle

Pour lancer la compensation automatique du point zéro du détecteur :

- Réglez le gain sur la valeur désirée. Le gain est réglé à l'écran Temp/Gain. Vous y accédez en pressant deux fois la touche ▽ à l'apparition de l'écran Signal.
- Appuyez sur la touche "ZERO". Le point zéro du détecteur sera automatiquement compensé ici.
- Si le signal doit être décalé, définissez le décalage ici. Vous accédez à l'écran Offset à l'aide de la touche ▽ dès l'apparition de l'écran Status.

REMARQUE

Le décalage doit être sélectionné après avoir réglé la compensation du point zéro du détecteur, étant donné que la fonction d'auto-zéro règle le signal sur 0.

REMARQUE

Si vous modifiez la sélection du gain, vérifiez que le détecteur a fait l'objet d'un auto-zéro avant de lancer la mesure.

6.2.2 Compensation externe

Pour lancer l'auto-zéro du détecteur, utilisez un signal de fermeture de contact ou un signal TTL pour court-circuiter les contacts. Le signal devrait durer au moins 1 sec, à une intensité maximum de 20 mA pour une tension de 5 V.

Si vous utilisez un signal TTL, vérifiez que vous utilisez la polarité correcte indiquée sur le câble.

6.3 Opérations de routine effectuées avec le détecteur

En général, un système chromatographique avec détection à diffusion de lumière par évaporation fonctionne de manière comparable à un système équipé d'autres détecteurs.

Pendant les opérations, tenez compte des points suivants :



ATTENTION



Les fumées brûlantes des acides peuvent causer des blessures légères ou moyennement graves.

- Ne pas faire marcher le système avec des pièces défectueuses/incorrectes
- Vérifier l'étanchéité de l'équipement avant son emploi
- Ne pas inhaler les fumées émises pendant le traitement
- Faire marcher l'instrument à l'intérieur d'une hotte active
- Ne pas déplacer l'appareil ou certains de ses éléments pendant la marche



REMARQUE

Risque d'endommagement de l'instrument par des fuites de liquide.

- Ne pas faire marcher le système avec des pièces défectueuses/incorrectes
- Vérifier l'étanchéité de l'équipement avant son emploi

- Vérifiez qu'il y a un débit continu de gaz dans le détecteur (sans étranglement). En cas d'utilisation d'un vide, vérifiez que l'effet de vide ne compromettra pas le fonctionnement du détecteur (section 5.4).
- Vérifiez que le siphon est toujours rempli de liquide. L'excès de liquide en provenance du siphon devra être collecté dans un réservoir adéquat.
- Vérifiez que tous les raccords du débit sont parfaitement étanches. En cas de fuite, arrêtez immédiatement la pompe et retirez le liquide.
- La pression du gaz ne doit jamais être supérieure à 4,5 bar (67 psi).
- Evitez les solvants ou les composés susceptibles de corroder le détecteur. La phase mobile est en contact avec les tubes en verre et en PTFE. Le tube d'évaporation est en acier inoxydable.

6.4 Optimisation de la performance

6.4.1 Sélection de la température optimale

Il existe deux facteurs à prendre en compte pour sélectionner la température optimale du détecteur :

- Une augmentation de la température contribuera à optimiser l'évaporation de la phase mobile.
- Une baisse de la température réduira la décomposition des composés caractérisés par une instabilité thermique et la volatilisation des composés semi volatils.

Il est recommandé de commencer par régler une température de 60 °C si une phase mobile aqueuse est utilisée et une température de 40 °C pour une phase mobile organique (ces températures sont recommandées pour un débit de 1 mL/min). A des débits supérieurs, il peut être nécessaire d'avoir des températures supérieures pour réduire le bruit.

REMARQUE

Si la phase mobile utilisée n'est pas particulièrement volatile, comme DMSO ou DMF, la température devrait être augmentée pour obtenir un processus d'évaporation correct.

La température peut être ajustée pendant le processus d'optimisation de la méthode.

Si vous craignez d'avoir un composé thermiquement instable ou semi volatil, préférez une température inférieure pour améliorer la sensibilité en réduisant la décomposition thermique ou l'évaporation. Néanmoins, pour un débit et solvant donné, il y a un point à partir duquel le bruit du chromatogramme augmente énormément car la phase mobile n'est pas évaporée dans sa totalité.

Considérez par exemple l'analyse de la caféine avec des températures d'évaporation de 30 °C et 60 °C (figure 6.1) [Les conditions posées au fractionnement sont - colonne : ODS KromasilTM (5 µm, 30× 2.1 mm), échantillon : 4 µL (10 mg/L) caféine]. Eluant : Eau, 0.2 mL/min, température comme indiqué). Il est évident que l'utilisation d'une basse température améliore nettement les résultats des composés volatils et à haute sensibilité thermique.

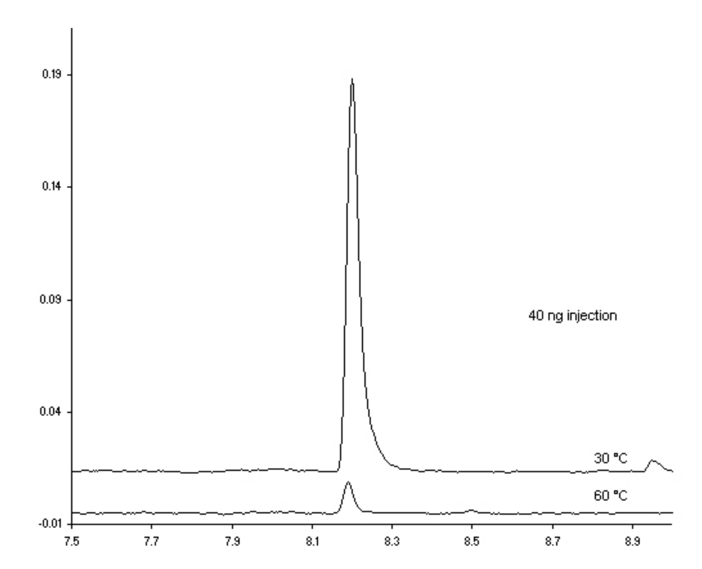


Fig. 6.26: Chromatogramme de la caféine à différentes températures

La température minimum pouvant être utilisée est fonction du débit et de la nature de la phase mobile.

6.4.2 Optimisation de la phase mobile

Toute particule contenue dans la phase mobile contribue à augmenter le bruit de fond.

La pureté du solvant est un facteur décisif du bruit de fond. Lors du filtrage du solvant, vérifiez qu'il n'extrait pas d'agent contaminant du filtre.

La pureté du solvant est critique pour les bruits de fond peu élevés. La sensibilité est proportionnellement inverse au bruit du solvant.

Dans la plupart des cas, l'eau distillée et les solvants spécifiés pour les applications HPLC délivrent de bons résultats. La comparaison de différents solvants fait apparaître que le paramètre le plus critique est le Résidu après évaporation; ce paramètre devrait être inférieur à 1 ppm afin d'augmenter la sensibilité du détecteur au maximum.

Prenez par exemple l'analyse d'un échantillon dans une phase mobile, de l'eau pure, et dans une autre phase mobile constituée d'eau polluée. Il est évident que l'utilisation d'un solvant de qualité insuffisante peut diminuer nettement votre rapport signal/bruit (sensibilité).

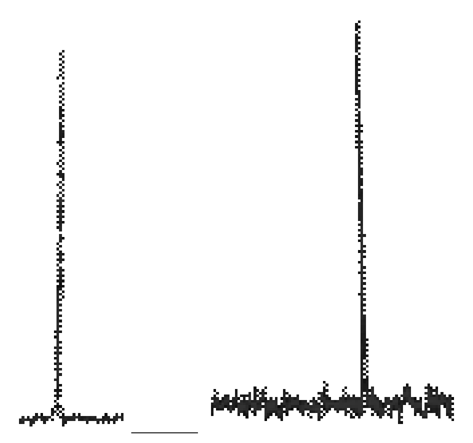


Fig. 6.27: Chromatogramme avec un solvant de qualité variable

La phase mobile ne devrait pas contenir de modificateurs non volatils. Modificateurs volatils (par ex. CHOOH, CH_3COOH, CF_3COOH, formiate de NH_4, NH_4. Les acétates, $(C_2H_5)_3N$)…) peuvent être utilisés mais ils risquent d'augmenter le niveau de bruit en liaison avec des gains élevés. Par ailleurs, le solvant ne devrait pas contenir d'agent préservatif (par ex. le tétrahydrofurane peut contenir un stabilisateur BHT).

Les parties mouillées du détecteur sont en PTFE, en acier inoxydable et en verre. Vérifiez que les solvants ne réagissent pas avec ces matériaux.

REMARQUE

Suivant la nature de la phase mobile et le débit, la pression du gaz recommandée de 3,5 bar (51 psi) peut devoir être ajustée pour optimiser le bruit de fond et donc le rapport signal/bruit.

6.4.3 Prétraitement de l'échantillon

Si l'échantillon contient des particules indésirables, il devra passer par un filtre de 0,2 μm ou 0,45 μm avant l'injection.

6.4.4 Traitement de la colonne

La colonne chromatographique contient généralement des microparticules destinées à séparer les composés voulus. Dans certaines conditions, le garnissage de la colonne sera soumis à des problèmes chimiques et/ou mécaniques, pouvant se traduire par une infiltration de particules dans le détecteur, et donc par une augmentation du bruit.

REMARQUE

Si des composés à forte rétention sont élués lentement hors de la colonne, on assistera à la formation excessive de bruit.

La détérioration du garnissage de la colonne dépend de plusieurs facteurs, comme la taille de particules, le type de garnissage de colonne, le fabricant de la colonne et la nature de la phase mobile (un pH élevé risque de détériorer les colonnes à base de silice).

Lors de la mise en place d'une nouvelle colonne, nous recommandons de pomper la phase mobile pendant plusieurs minutes dans ce nouvel appareil avant de le raccorder au détecteur. Ceci permettra d'éjecter les microparticules résiduelles contenues dans la colonne après la fabrication. Après avoir installé une nouvelle colonne, nous recommandons également de réaliser le test d'émission de bruit de la colonne (section 5.9.5) afin de déterminer le signal de référence correspondant à cette colonne.

6.4.5 Optimisation du filtre de bruit

Le filtre numérique (voir la figure Fig. 5.18) permet d'optimiser le rapport signal/bruit en filtrant le bruit. Le filtrage devrait être adapté à la forme du pic et plus spécialement à la largeur du pic.

Le tableau suivant contient quelques paramètres de filtrage définis en fonction de la largeur du pic :

Largeur de pic à 50 % (seconde)	Filtre proposé (seconde)
< 1	0
2	1
4	2
6	4
8	6
>10	8 et plus

Ces valeurs peuvent être améliorées en fonction de votre chromatographe spécifique, en réduisant le filtrage si les pics ont une faible résolution (par ex. si Rs<1,5) ou en augmentant le filtrage en liaison avec l'optimisation du rapport signal/bruit.

Exemple: Comparaison des filtres numériques à l'aide du test SOP (injection de 5 ppm de caféine à un gain de 12). La largeur du pic à la semi-hauteur est de 2,5 S.

	Filtre 0 s	Filtre 1 s	Filtre 2 s
Hauteur du signal	124 mV	122 mV	110 mV
Bruit (ASTM)	3,2 mV	1,1 mV	0,7 mV
Largeur du pic (à 50 % de la hauteur)	2,5 secondes	2,5 secondes	2,8 secondes
S/B	37	110	157

Le rapport signal/bruit est multiplié par 3 en sélectionnant un filtrage de 1 s sans effet d'élargissement du pic. Si le rapport signal/bruit est supérieur à la résolution, un filtrage de 2 s ou plus peut être utilisé pour améliorer la sensibilité.

6.5 Mise à l'arrêt du détecteur

Suivant les besoins, la totalité ou une partie des fonctions de l'instrument peut être mise à l'arrêt après une série d'analyses automatisée. Ces fonctions de mise à l'arrêt sont décrites en détail dans la figure Fig. 5.21.

Pour arrêter l'instrument :

- Eteignez la pompe.
- Laissez le gaz de nébulisation circuler dans le détecteur pendant quelques minutes (une durée de 30 mn est recommandée) afin de purger le tube d'évaporation et la chambre de détection.
- Coupez l'alimentation du détecteur (si désiré).

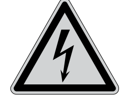
Si vous utilisez une phase mobile contenant des sels, des acides ou des bases, pompez quelques mL d'eau ou de méthanol dans le système avant d'arrêter le détecteur afin d'empêcher la formation de dépôt de particules et une éventuelle corrosion de l'instrument.

Si vous utilisez le ELSD comme deuxième détecteur après l'avoir mis de côté pendant un certain temps, il est recommandé de le retirer de la voie d'écoulement du liquide chromatographique pour éviter les étranglements du nébuliseur ou le dépôt de substances à l'intérieur du détecteur.

Une fermeture de la vanne de gaz pendant le fonctionnement de la pompe risque d'endommager sérieusement le nébuliseur.

7 Maintenance

Ce chapitre contient des instructions sur tous les travaux d'entretien à réaliser afin de conserver l'instrument en bon état de marche.

	 **AVERTISSEMENT**
 	Risque de brûlures graves, voire danger de mort, par électrocution lors du nettoyage. • Mettre l'instrument hors tension • Débrancher le câble d'alimentation et veiller à prévenir tout redémarrage intempestif • Attendre que l'instrument soit complètement sec avant de le rebrancher sur le secteur

	REMARQUE
	Risque d'endommagement du boîtier et de l'instrument par des liquides et des détergents. • Ne pas verser de liquide sur l'instrument ou ses composants • Eliminer immédiatement toute trace de liquide à l'aide d'un chiffon • Utiliser seulement de l'éthanol ou de l'eau savonneuse comme détergent

Le détecteur ELSD C-650 à diffusion de la lumière en appliquant un principe d'évaporation à basse température est conçu pour réduire les opérations de maintenance à un minimum. Si les opérations de maintenance préventive sont réalisées proprement, le détecteur devrait fournir des mesures particulièrement précises, sans intervention de la part de l'opérateur.

Les recommandations générales suivantes sont proposées :

- Effectuez les travaux de maintenance dans un environnement propre.
- Si l'instrument ne sera pas utilisé pendant une durée prolongée, éliminez toute phase mobile contenant des acides, des sels ou des bases afin d'empêcher la formation de dépôts de particule indésirable ou de corrosion sur l'instrument.
- N'utilisez que du gaz propre (exempt de particules et de résidus d'huile).

Une fermeture de la vanne de gaz pendant le fonctionnement de la pompe risque d'endommager sérieusement le nébuliseur.

Si vous utilisez le ELSD comme deuxième détecteur après l'avoir mis de côté pendant un certain temps, il est recommandé de le retirer de la voie d'écoulement du liquide chromatographique pour éviter les étranglements du nébuliseur ou le dépôt de substances à l'intérieur du détecteur.

Pour optimiser l'efficacité de la maintenance préventive :

Après chaque session ou avant d'arrêter le système chromatographique, nettoyez le ELSD afin d'assurer la qualité des performances.

La maintenance préventive consiste à nettoyer le détecteur avant de l'arrêter après les dernières analyses :

- Laissez s'écouler la phase mobile ou le solvant (recommandation : éthanol) pour éliminer les particules susceptibles de demeurer dans le détecteur.
- Augmentez éventuellement la température pour dissoudre les éventuels dépôts.
- Arrêtez le flux de phase mobile mais laissez le gaz s'écouler pendant au moins 30 min pour sécher l'appareil et empêcher la formation de dépôts.
- Stoppez l'écoulement de gaz.
- Arrêtez le détecteur.

La durée nécessaire à chaque opération varie suivant les applications, les solvants, le type et la concentration des échantillons et doit être déterminée en fonction de ses différents facteurs.

REMARQUE
Pendant les opérations de routine, il n'est pas nécessaire de travailler à l'intérieur de l'instrument. Si les suggestions effectuées dans ce chapitre ne permettent pas de résoudre le problème, veuillez contacter votre distributeur local.

La LED utilisée comme source de lumière a une durée de vie longue mais précise (~5000 heures). Elle devrait être remplacée régulièrement par un technicien spécialisé. A la fin de cette durée, le système lance un message à la mise en marche de l'instrument, indiquant que la lampe a dépassé le nombre d'heures d'exploitation maximum. La LED orange du clavier émet alors un signal clignotant.

7.1 Service clientèle

Seuls les techniciens agréés sont autorisés à effectuer des réparations sur l'instrument. Ils possèdent une solide formation technique et connaissent les dangers liés à l'instrument.

Les adresses des bureaux de service à la clientèle BUCHI sont fournies sur le site Internet de BUCHI : www.buchi.com. Si des dysfonctionnements apparaissent sur votre instrument ou si vous avez des questions techniques ou des problèmes d'application, contactez l'un de ces bureaux.

Le service clientèle propose les prestations suivantes :

- Fourniture de pièces de rechange
- Réparations
- Conseils techniques

8 Dépannage

8.1 Informations générales sur la résolution des problèmes

Le détecteur ELSD C-650 à diffusion de lumière par évaporation est prévu pour être mis en place dans un système chromatographique en phase liquide. Il est important de noter que le temps de réponse du détecteur réfléchit les performances globales du système et qu'un “problème” apparaissant à la sortie du détecteur n'est pas nécessairement un “problème de détecteur”. Dans la plupart des cas, un problème n'a qu'une seule origine. Par exemple, si l'utilisateur constate que la courbe de référence émet un bruit, le problème peut être causé par :

- La pompe (par ex. clapet défectueux).
- La phase mobile (par ex. dégazage incorrect ou résidus importants après l'évaporation).
- La colonne (par ex. élution de composants à forte rétention).
- Le nébuliseur (par ex. problème de maintenance).
- Le détecteur (par ex. problème électronique).

Il est très improbable que deux problèmes apparaissent simultanément. L'élimination des problèmes consiste avant tout à déterminer la cause du problème. Dans les paragraphes suivants, nous partons du principe que l'opérateur a déjà pu s'assurer que les autres composants du système fonctionnent correctement.

Ne pas démonter le nébuliseur. Tout démontage du nébuliseur causera sa destruction et donc la perte de la garantie.

REMARQUE

Le panneau de commande et les composants électroniques de l'instrument ne contiennent aucun élément remplaçable. Si les suggestions effectuées dans ce chapitre ne permettent pas de résoudre le problème, veuillez contacter votre distributeur local.

Si l'écran numérique ne s'allume pas à la mise en marche du détecteur, mettez l'instrument à l'arrêt et contrôlez l'état des fusibles généraux. Si nécessaire, remplacez les fusibles existants par des fusibles de même capacité pour tous les appareils de 115 V et 230 V. Les fusibles se trouvent à l'intérieur du module d'alimentation principale, sur le panneau arrière (Fig. 5.7). Un lot de fusibles de rechange est fourni dans le kit de démarrage.

Si les fusibles ne sont pas brûlés ou si les fusibles de rechange brûlent à nouveau, contactez votre distributeur local.

8.2 Opérations initiales nécessaires à l'élimination des problèmes

- Vérifiez que l'instrument et les autres composants du détecteur sont tous mis correctement à la terre.
- Vérifiez que le niveau de liquide du siphon est correct et qu'il n'y a pas d'accumulation de liquide près de l'entrée du tube d'évaporation.
- Vérifiez que la pression du gaz est suffisante et stable. La pression sélectionnée pour la plupart des applications est de 2 bar (29 psi). Une pression supérieure à 4,5 bar (67 psi) risque d'endommager le détecteur de pression. Le filtre de gaz devrait être propre et mis en place. N'utilisez que du gaz exempt de résidus d'huile.

8.3 Réalisation du test de bruit

Refaites les tests décrits dans la section 5.9 et comparez les données observées aux résultats enregistrés lors de la première installation. Ces tests peuvent permettre d'isoler le problème.

Par exemple, si le test de bruit électronique (section 5.9.2), le test de bruit de fond (section 5.9.3) et le test de bruit de solvant (section 5.9.4) fournissent des résultats similaires à ceux obtenus lors de la première installation, mais si le test de bruit de la colonne (section 5.9.5) fournit des valeurs nettement différentes des premières, il est probable que le problème soit au niveau de la colonne (par ex. des composés à forte rétention sont élués).

8.4 Elimination des problèmes spécifiques au détecteur

- La bruine produite par le nébuliseur devrait être homogène. Dans le cas contraire, il est probable que le nébuliseur, l'aiguille ou le tube PTFE soient partiellement bouchés.
  Pour éliminer ce problème, pompez un solvant capable de dissoudre les corps étrangers. Alternativement, le nébuliseur peut être déposé dans un bain à ultrasons pour éliminer ces particules indésirables. Pour en savoir plus sur le nettoyage du nébuliseur, veuillez consulter la section 8.5.

Ne pas démonter le nébuliseur. Tout démontage du nébuliseur causera sa destruction et donc la perte de la garantie.

- Si la sensibilité du détecteur est basse, vérifiez qu'il n'y a pas de fuites dans le système. Vérifiez que vous utilisez un échantillon frais et réalisez éventuellement le test à l'aide d'une boucle à contrepression au lieu d'une colonne. La LED risque de devoir être remplacée ou le nébuliseur est bouché.
- Si le test de bruit n'a pas montré que le problème est dû à l'application ou au système, une baisse de sensibilité est souvent causée par le nébuliseur (cause principale). Nettoyez le nébuliseur comme décrit dans la section 8.5. Si la sensibilité ne redevient pas normale, il faut éventuellement remplacer le nébuliseur. Notez que le problème peut être causé par un autre module, les volumes injectés pouvant être insuffisants ou les volumes morts contenus dans les raccords de capillaires pouvant causer des pics trop larges.
- Si le signal du détecteur est saturé ou si l'on observe une diminution dans la plage dynamique du système, il est possible qu'un résidu traverse la cellule du détecteur : ceci se traduira par un signal de haute intensité, en raison de la diffusion lumineuse importante. Ce résidu peut être le résultat de l'élution de matériaux à forte rétention en provenance de la colonne ou du solvant. Pour déterminer la cause du problème, dérivez la colonne et observez l'intensité du signal :
  - Si le signal repasse à la normale, les matériaux à forte rétention sont élués à partir de la colonne. Purgez la colonne à l'aide d'un solvant puissant pour éluer tous les matériaux.
  - Si le signal ne repasse pas à la normale, le solvant contient des résidus trop importants de matériau, après l'évaporation et ne convient pas au détecteur.
- Si le bruit du détecteur sans solvant est élevé ou en cas d'apparition de pics fantôme, il est possible qu'il y ait des corps étrangers dans le tube d'évaporation. Dans ce cas, sélectionnez une température de 100 °C et pompez du solvant à un débit de 2 mL/min, avec une pression de gaz de 2 bar (29 psi).

8.5 Nettoyage et remplacement du nébuliseur

Si la bruine produite par le nébuliseur n'est pas homogène, il est probable que le nébuliseur, l'aiguille ou le tube PTFE soient bouchés. Pour éliminer ce problème, pompez un solvant (recommandation : éthanol) capable de dissoudre les corps étrangers. Alternativement, le nébuliseur peut être déposé dans un bain à ultrasons pour éliminer ces particules indésirables.

Manipulez soigneusement le nébuliseur et ne démontez pas la partie arrière de l'appareil qui est protégée par le joint thermique en couleur. Toute manipulation incorrecte du nébuliseur causera sa destruction et la perte de la garantie.

La partie arrière du nébuliseur est un réglage stratégique qui ne doit en aucun cas être modifié. En cas de démontage, il ne reste plus qu'à remplacer le nébuliseur.

Si le nébuliseur ne peut pas être réparé en nettoyant ou en pompant du solvant ou par un bain à ultrasons, il doit être remplacé.

Dans le cas où le nébuliseur ne produirait pas de pulvérisation et si le liquide est acheminé directement dans le siphon même si la pression affichée est égale à 2 bar, vérifiez que vous utilisez le tube de gaz au raccord noir, prévu pour le nébuliseur et que la vanne anti-retour blanche se trouve sur l'extrémité inférieure (près de l'arrivée de gaz) du panneau avant. L'assemblage nébuliseur/chambre en verre installé est présenté dans la Fig. 5.10.

Pour retirer le nébuliseur de l'instrument :



- Mettez la pompe et le détecteur ELSD à l'arrêt.
- Retirez le capot avant noir du panneau. Tirez sur son côté gauche.



- Déconnectez l'entrée du liquide du nébuliseur reliée à la colonne.
- Déconnectez l'entrée de gaz reliée au nébuliseur en poussant sur l'entrée blanche (pour plus de détails, consultez la Fig. 5.10).



- Retirez le nébuliseur de la cellule en verre en dévissant l'écrou en plastique noir de la main droite tout en tenant le nébuliseur de la main gauche. Faites attention à ne pas tirer sur le capillaire du nébuliseur ou à le retourner. L'écrou noir qui maintient le nébuliseur sur la cellule en verre et son joint devraient être retirés du nébuliseur.

- Retirez le raccord rapide d'entrée de gaz et l'écrou en plastique noir pour éviter de détériorer les joints à l'aide du solvant de nettoyage.



Fig. 8.28: Démontage des éléments du nébuliseur

Pour nettoyer le nébuliseur :

- Remplissez un bain à ultrasons d'eau. Remplissez un bécher (50 ou 100 mL) d'env. 2 cm de solvant adéquat. Le solvant dépend du type de matériau contenu dans le nébuliseur. Dans la plupart des cas, l'éthanol est un solvant adéquat.
- Placez le nébuliseur à la verticale dans le bain de solvant, couvrant 2 cm du bécher. La sortie du nébuliseur devrait être placée au bas du bain et le tube du liquide d'entrée devrait être orienté vers le haut. Vérifiez que la partie arrière du nébuliseur n'est pas en contact avec le solvant.



2 cm

Fig. 8.29: Nettoyage du nébuliseur

- Nettoyez le nébuliseur pendant env. 30 minutes avec le solvant, puis remplacez le solvant par de l'eau et poursuivez le nettoyage pendant 30 minutes supplémentaires.

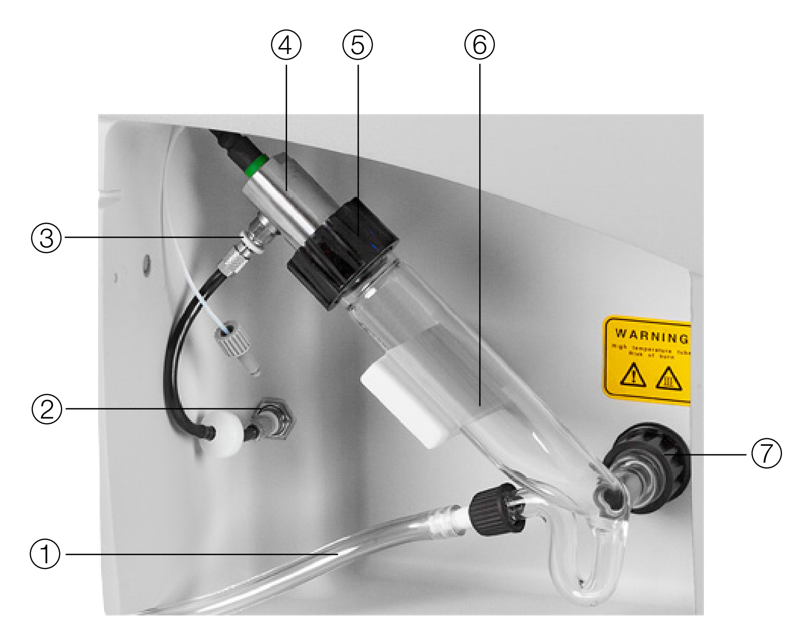
Pour réinstaller le nébuliseur ou le remplacer par un nouvel appareil ou un autre modèle de nébuliseur

- Pour réinstaller le nébuliseur après le nettoyage, réajustez le raccord rapide d'entrée de gaz et l'écrou en plastique noir avec son joint.
- Refaites les étapes précédentes dans l'ordre inverse (démontage du nébuliseur). Si le tube de gaz noir a été démonté, vérifiez que vous utilisez l'orientation correcte, avec une vanne anti-retour blanche placée à l'extrémité inférieure (près de l'arrivée de gaz).
- Vérifiez qu'il n'y a pas de fuite de liquide ou de gaz sur les raccords et contrôlez la présence éventuelle d'une fuite susceptible de compromettre la performance du détecteur ou de polluer le laboratoire à la mise en marche de la pompe.
- Installez le capot noir du panneau avant, commencez par fixer le côté droit puis poussez le côté gauche.
- Testez le nébuliseur pour être certain qu'il fonctionne correctement.

REMARQUE

Si le nettoyage du nébuliseur n'a pas résolu le problème, contactez votre distributeur local pour remplacer l'appareil.

Si le tube de gaz noir a été démonté, vérifiez que vous utilisez l'orientation correcte, avec une vanne anti-retour blanche placée à l'extrémité inférieure (près de l'arrivée de gaz). Vérifiez que les raccords sont étanches et contrôlez la présence de fuites à la mise en marche de la pompe.



① Tube de trop-plein à siphon
② Vanne de gaz anti-retour
③ Raccord de gaz d'entrée
④ Nébuliseur
⑤ Ecrou
⑥ Chambre en verre
⑦ Ecrou

Fig. 8.30: Installation de l'assemblage nébuliseur/chambre en verre

8.6 Problèmes de débit de gaz

En cas de problèmes de débit de gaz, contactez un point de service après vente de la société BUCHI.

8.7 Nettoyage et décontamination

8.7.1 Nettoyage de l'instrument

 **ATTENTION**



Risque de brûlure légère au contact du détecteur brûlant.

- Pour un maximum de sécurité, laissez le détecteur refroidir pendant 15 minutes avant de le nettoyer.

- Mettez l'instrument hors tension.
- Déconnectez tous les câbles de raccordement (câble d'alimentation, de signalisation, autozéro, câble RS-232 et le cas échéant, l'entrée de gaz et le tube du nébuliseur).
- Nettoyez la partie extérieure du détecteur à l'aide d'un chiffon non abrasif. Si nécessaire, utilisez un liquide de type eau savonneuse ou éthanol pour éliminer les taches ou les corps étrangers.

8.7.2 Décontamination de l’instrument

- Réglez la température d’évaporation sur 100 °C et la pression du gaz sur 2 bar (29 psi).

Pompez le solvant approprié dans le système à un débit de 1 mL/min. Le solvant sera déterminé par le type d’échantillons auparavant analysé dans le détecteur. En cas de doute, utilisez de l’éthanol. Ne pas utiliser de solvant susceptible de corroder l’instrument. Maintenez le débit et la température au même niveau pendant au moins 3 heures.

- Nettoyez la partie extérieure du détecteur à l’aide d’un chiffon non abrasif. Si nécessaire, utilisez un liquide de type eau savonneuse ou éthanol pour éliminer les taches ou les corps étrangers.

8.8 Remplacement de la source de lumière

Dans le cas où il serait nécessaire de remplacer la source lumineuse, veuillez contacter le service clientèle BUCHI.

9 Mise hors service, rangement, transport et élimination

Ce chapitre indique comment arrêter l'instrument, comment l'emballer pour le stockage ou pour le transport et spécifie les conditions de stockage et d'expédition.

9.1 Préparation de l'instrument en vue de son stockage et de son transport

Pour préparer l'instrument en vue du stockage et du transport, débranchez le câble d'alimentation et retirez toutes les pièces en verre de l'instrument.

9.2 Stockage et transport

Rangez l'instrument dans un endroit sec. Rangez et transportez l'instrument dans son emballage d'origine.

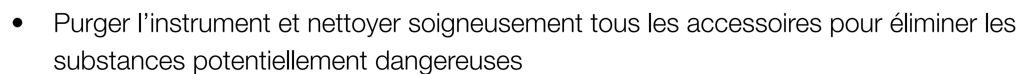


AVERTISSEMENT



Danger de mort ou d'empoisonnement grave par contact ou ingestion de substances nocives.

- Porter des lunettes de protection
- Porter des gants de protection
- Porter une blouse de laboratoire



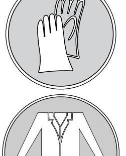
- Purger l'instrument et nettoyer soigneusement tous les accessoires pour éliminer les substances potentiellement dangereuses

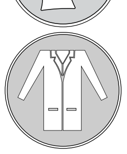


- Ne pas nettoyer les composantes poussiéreuses avec de l'air comprimé



- Ranger l'instrument et ses accessoires dans son emballage d'origine et dans un endroit sec





ATTENTION



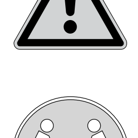
Risque de blessures légères à moyennement graves dû au poids de l'instrument.



- Faites vous aider de trois autres personnes pour transporter l'instrument



- Ne pas laisser tomber l'instrument ni sa caisse de transport



- Placer l'instrument sur une surface stable, plane et sans vibration
- Se tenir à distance des zones à risque d'écrasement

10 Pièces de rechange

Ce chapitre énumère les pièces de rechange, les accessoires et les options, ainsi que les informations de commande.

Commandez les pièces de rechange chez BUCHI. Lors de la commande des pièces de rechange, précisez toujours la désignation du produit et la référence.

N'utilisez que des consommables BUCHI et des pièces de rechange d'origine pour la maintenance et la réparation afin de garantir la performance et la fiabilité du système. Les pièces de rechange ne peuvent être modifiées que si le fabricant a donné son accord écrit préalable.

Produit	Numéro de commande
Nébuliseur Flash C-650	11059162
Chambre de nébulisation en verre pour C-650	11059164
Ecrou en plastique noir pour chambre de nébuls. diam. 13 mm	11059241
Ecrou en plastique noir pour chambre de nébuls. diam. 30 mm	11059242
Tube pneumatique noir avec raccord en acier et vanne anti-retour blanche pour nébuliseur	11059227
Assemblage complet de tube de purge	11059239

11 Déclarations et prescriptions

11.1 Exigences FCC (Etats-Unis et Canada)

English:

This equipment has been tested and found to comply with the limits for a Class A digital device, pursuant to both Part 15 of the FCC Rules and the radio interference regulations of the Canadian Department of Communications. These limits are designed to provide reasonable protection against harmful interference when the equipment is operated in a commercial environment.

This equipment generates, uses and can radiate radio frequency energy and, if not installed and used in accordance with the instruction manual, may cause harmful interference to radio communications. Operation of this equipment in a residential area is likely to cause harmful interference in which case the user will be required to correct the interference at his own expense.

Français:

Cet appareil a été testé et s’est avéré conforme aux limites prévues pour les appareils numériques de classe A et à la partie 15 des réglementations FCC ainsi qu’à la réglementation des interférences radio du Canadian Department of Communications. Ces limites sont destinées à fournir une protection adéquate contre les interférences néfastes lorsque l’appareil est utilisé dans un environnement commercial.

Cet appareil génère, utilise et peut irradier une énergie à fréquence radioélectrique, il est en outre susceptible d’engendrer des interférences avec les communications radio, s’il n’est pas installé et utilisé conformément aux instructions du mode d’emploi. L’utilisation de cet appareil dans les zones résidentielles peut causer des interférences néfastes, auquel cas l’exploitant sera amené à prendre les dispositions utiles pour palier aux interférences à ses propres frais.

11.2 Déclaration de conformité

Declaration of conformity
Konformitätserklärung
Déclaration de conformité
Dichiarazione di conformità
Declaración de conformidad

BÜCHI Labortechnik AG
Meierseggstrasse 40
9230 Flawil
SWITZERLAND

Serial number 1000209161

Declares, that the product / Erklärt, dass das Produkt / Déclare par la présente que le produit / Dichiara che il prodotto / Declara que el producto:

ELS Detector C-650

complies with the requirements of the European Directives / den Anforderungen der Richtlinien / est conforme aux exigences des directives européennes / soddisfa i requisiti delle norme europee / cumple los requerimientos de las Directivas Europeas:

2006/95/EEC low voltage directive
2004/108/EEC EMC directive

and is in accordance with the following standards / und den folgenden Normen entspricht / ainsi qu'aux normes suivantes / ed è conforme ai seguenti standard / y està confornre a losestandares siguientes:

EN 61010-1:2001
Safety requirements for electrical equipment for measurement, control and laboratory use - Part 1 : General requirements.

EN 61326-1:2013
(Electrical equipment for measurement, control and laboratory use. EMC Requirements: General requirements.)

Technical file responsible H. P. Gohn, Quality Manager and authorized EU representative
Meierseggstrasse 40, CH-9230 Flawil

Flawil, August 18th 2015

Christian Zwicky
Head of Innovation & Marketing - Member Exec Mgmt



Erich Koller
Head Quality Management



Distributors

Quality in your hands

Filiales BUCHI :

BÜCHI Labortechnik AG
CH – 9230 Flawil 1
T +41 71 394 63 63
F +41 71 394 65 65
buchi@buchi.com
www.buchi.com

BUCHI Italia s.r.l.
IT – 20010 Cornaredo (MI)
T +39 02 824 50 11
F +39 02 57 51 28 55
italia@buchi.com
www.buchi.it

BUCHI Russia/CIS
United Machinery AG
RU – 127787 Moscow
T +7 495 36 36 495
F +7 495 981 05 20
russia@buchi.com
www.buchi.ru

Nihon BUCHI K.K.
JP – Tokyo 110-0008
T +81 3 3821 4777
F +81 3 3821 4555
nihon@buchi.com
www.nihon-buchi.jp

BUCHI Korea Inc
KR – Seoul 153-782
T +82 2 6718 7500
F +82 2 6718 7599
korea@buchi.com
www.buchi.kr

BÜCHI Labortechnik GmbH
DE – 45127 Essen
Freecall 0800 414 0 414
T +49 201 747 490
F +49 201 747 492 0
deutschland@buchi.com
www.buechigmbh.de

BÜCHI Labortechnik GmbH
Branch Office Benelux
NL – 3342 GT
Hendrik-Ido-Ambacht
T +31 78 684 94 29
F +31 78 684 94 30
benelux@buchi.com
www.buchi.be

BUCHI China
CN – 200052 Shanghai
T +86 21 6280 3366
F +86 21 5230 8821
china@buchi.com
www.buchi.com.cn

BUCHI India Private Ltd.
IN – Mumbai 400 055
T +91 22 667 75400
F +91 22 667 18986
india@buchi.com
www.buchi.in

BUCHI Corporation
US – New Castle,
Delaware 19720
Toll Free: +1 877 692 8244
T +1 302 652 3000
F +1 302 652 8777
us-sales@buchi.com
www.mybuchi.com

BUCHI Sarl
FR – 94656 Rungis Cedex
T +33 1 56 70 62 50
F +33 1 46 86 00 31
france@buchi.com
www.buchi.fr

BUCHI UK Ltd.
GB – Oldham OL9 9QL
T +44 161 633 1000
F +44 161 633 1007
uk@buchi.com
www.buchi.co.uk

BUCHI (Thailand) Ltd.
TH – Bangkok 10600
T +66 2 862 08 51
F +66 2 862 08 54
thailand@buchi.com
www.buchi.co.th

PT. BUCHI Indonesia
ID – Tangerang 15321
T +62 21 537 62 16
F +62 21 537 62 17
indonesia@buchi.com
www.buchi.co.id

BUCHI do Brasil
BR – Valinhos SP 13271-570
T +55 19 3849 1201
F +41 71 394 65 65
latinoamerica@buchi.com
www.buchi.com

Centres de support BUCHI :

South East Asia
BUCHI (Thailand) Ltd.
TH-Bangkok 10600
T +66 2 862 08 51
F +66 2 862 08 54
bacc@buchi.com
www.buchi.com

Latin America
BUCHI Latinoamérica Ltda.
BR – Valinhos SP 13271-570
T +55 19 3849 1201
F +41 71 394 65 65
latinoamerica@buchi.com
www.buchi.com

Middle East
BUCHI Labortechnik AG
UAE – Dubai
T +971 4 313 2860
F +971 4 313 2861
middleeast@buchi.com
www.buchi.com

BÜCHI NIR-Online
DE – 69190 Walldorf
T +49 6227 73 26 60
F +49 6227 73 26 70
nir-online@buchi.com
www.nir-online.de

Nous sommes représentés par plus de 100 distributeurs dans le monde.
Pour trouver votre revendeur le plus proche, rendez-vous sur : www.buchi.com